



## **TUGAS AKHIR**

### **SINTESIS *METAL ORGANIC FRAMEWORK* TIPE HKUST-1 SECARA SOLVOTERMAL DENGAN PENAMBAHAN POLIETILEN GLIKOL (PEG)**

**CINDY KURNIA PERMATASARI  
NRP. 1412 100 096**

**Dosen Pembimbing  
Dra. Ratna Ediati, M.S., Ph.D.**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2016**



## **FINAL PROJECT**

# **SYNTHESIS OF METAL ORGANIK FRAMEWORK TYPED HKUST-1 BY SOLVOTHERMAL WITH ADDITION OF POLYETHYLENE GLYCOL (PEG)**

**CINDY KURNIA PERMATASARI**  
**NRP. 1412 100 096**

**Advisor Lecturer.**  
**Dra. Ratna Ediati, MS., Ph.D.**

**CHEMISTRY DEPARTMENT**  
**FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES**  
**SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY**  
**SURABAYA**  
**2016**

**SINTESIS *METAL ORGANIK FRAMEWORK* (MOF) TIPE  
HKUST-1 SECARA SOLVOTERMAL DENGAN  
PENAMBAHAN POLIETILEN GLIKOL (PEG)**

**TUGAS AKHIR**

Disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar  
sarjana sains  
pada  
program studi S-1 Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Disusun Oleh :

**CINDY KURNIA PERMATASARI**  
**NRP. 1412 100 096**

Surabaya, 20 Juli 2016

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2016**



**LEMBAR PENGESAHAN**

**SINTESIS METAL ORGANIK FRAMEWORK (MOF) TIPE  
HKUST-1 SECARA SOLVOTERMAL DENGAN  
PENAMBAHAN POLIETILEN GLIKOL (PEG)**

**TUGAS AKHIR**

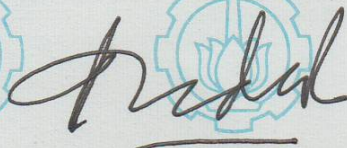
Oleh :

**CINDY KURNIA PERMATASARI**

**NRP 1412 100 096**

**Surabaya, 20 Juli 2016**

**Menyetujui,  
Dosen Pembimbing**



**Dra. Ratna Edianti, MS., PhD.**

**NIP 19600622 198603 2 002**

**Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia,**



**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.**

**NIP 19710616 199703 1 002**



*Bismillahirrahmanirrahim*  
*Karya ini saya persembahkan untuk*  
*Papa, mama dan kedua adik kecil tercinta saya*  
*Dosen pembimbing saya, Bu Ratna Ediatí*  
*Sahabat saya*  
*serta keluarga baru saya kimia 2012 (SPECTRA)*

# **SINTESIS METAL ORGANIK FRAMEWORK (MOF) TIPE HKUST-1 SECARA SOLVOTERMAL DENGAN PENAMBAHAN POLIETILEN GLIKOL (PEG)**

**Nama Mahasiswa** : Cindy Kurnia Permatasari  
**NRP** : 1412100096  
**Jurusan** : Kimia ITS  
**Pembimbing** : Dra. Ratna Edianti, MS., Ph.D.

## **ABSTRAK**

Salah satu jenis *Metal Organik Framework* (MOF) yaitu HKUST-1 dengan rumus molekul  $[\text{Cu}_3(\text{BTC})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode solvotermal pada suhu 100 °C selama 10 jam. Prekursor yang digunakan meliputi tembaga nitrat dan asam 1,3,5-benzena trikarboksilat ( $\text{H}_3\text{BTC}$ ) dalam pelarut etanol:DMF:air serta penambahan polietilen glikol (PEG). Padatan yang diperoleh berupa serbuk berwarna biru dan dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, SEM-EDX, TGA serta adsorpsi-desorpsi nitrogen. Hasil karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa penambahan PEG sebagai pelarut dapat menghasilkan HKUST-1 dengan kristalinitas yang tinggi. Pada penambahan 6 ml PEG dari 51 ml total volume pelarut diperoleh massa yang paling besar yaitu 2,5753 gram. Penambahan PEG dapat mempengaruhi struktur kristal, semakin banyak PEG yang ditambahkan menyebabkan ukuran kristal menjadi lebih kecil. Stabilitas termal HKUST-1 yang diperoleh sebesar 377 °C. Hasil analisis adsorpsi-desorpsi nitrogen menunjukkan bahwa luas permukaan HKUST-1 murni sebesar 1149,225 m<sup>2</sup>/g, HKUST-1 dengan PEG 6 ml sebesar 871,399 m<sup>2</sup>/g dan HKUST-1 dengan PEG 9 ml sebesar 733,197 m<sup>2</sup>/g.

**Kata kunci** : HKUST-1, Solvotermal, Polietilen glikol

# **SYNTHESIS OF METAL ORGANIK FRAMEWORK TYPED HKUST-1 BY SOLVOTHERMAL WITH ADDITION OF POLYETHYLENE GLYCOL (PEG)**

**Name** : Cindy Kurnia Permatasari  
**NRP** : 1412100096  
**Department** : Kimia ITS  
**Lecturer advisor** : Dra. Ratna Edianti, MS., Ph.D.

## **ABSTRACT**

Metal Organic Framework typed HKUST-1 with molecular formula has been synthesized by using Solvothermal at a temperature 100 °C for 10 hours. Synthesis is performed using copper nitrate and trimesic acid as precursor with ethanol:DMF:aqueous and polyethylene glycol (PEG) as a solvent. The blue powder of HKUST-1 is obtained. The HKUST-1 were characterized with XRD, FTIR, SEM-EDX, TGA, and adsorption-desorption nitrogen measurements. The characterization results obtained showed that the addition of PEG as a solvent may produce HKUST-1 with high crystallinity. On the addition of 6 ml PEG from 51 ml total volume of solvent obtained the greatest mass is 2,5753 gram. The stability thermal of HKUST-1 is 377 °C. PEG can influence the crystal structure, the more PEG is added lead crystal size becomes smaller. The result of adsorption-desorption nitrogen analysis showed that the surface area of pure HKUST-1 is 1149,225 m<sup>2</sup>/g, HKUST-1 with PEG 6 ml is 871,399 m<sup>2</sup>/g and HKUST-1 with PEG 9 ml is 733,197 m<sup>2</sup>/g.

**Keywords** : HKUST-1, Solvothermal, Polyethylene glycol

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT karena atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga naskah skripsi yang berjudul “**Sintesis Metal Organik Framework Tipe HKUST-1 secara Solvotermal dengan Penambahan Polietilen glikol (PEG)**” dapat diselesaikan dengan baik.

Naskah ini tidak dapat terwujud tanpa bantuan, dukungan, dan dorongan dari semua pihak, untuk ini penulis sangat berterima kasih kepada :

1. Ibu Dra. Ratna Edianti, MS, Ph.D selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan selama proses penyelesaian naskah skripsi ini
2. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. selaku ketua jurusan atas fasilitas yang telah diberikan sehingga naskah skripsi ini dapat terselesaikan
3. Papa, mama, kedua adik dan keluarga besar saya yang memberi motivasi serta do’a yang tiada henti
4. Sahabat seperjuangan, Sari, Novicha, Gina, Arfy, dan Fitrop yang selalu menemani dalam berdiskusi
5. Sahabat saya, Gitak, Nina, Citra, Aini, dan Rizal yang selalu memberikan motivasi dikala saya sedang patah semangat
6. Lika, Caca, Amel, Retno, Pus, Indrisus, Fita, Mia, Gladis dan teman-teman “SPECTRA” yang telah memberikan dukungan serta semangat untuk untuk menyelesaikan naskah skripsi ini

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa naskah skripsi ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun untuk dapat meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Semoga naskah ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca

Surabaya, 20 Juli 2016

Penulis



## DAFTAR ISI

<b>Halaman Judul</b>	<b>i</b>
<b>Halaman Judul</b>	<b>ii</b>
<b>Lembar Pengesahan</b>	<b>iv</b>
<b>Abstrak</b>	<b>vi</b>
<b>Abstrak</b>	<b>vii</b>
<b>Kata Pengantar</b>	<b>viii</b>
<b>Daftar Isi</b>	<b>ix</b>
<b>Daftar Gambar</b>	<b>xi</b>
<b>Daftar Tabel</b>	<b>xii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	<b>5</b>
2.1 Metal Organic Framework (MOF)	5
2.2 HKUST-1	7
2.3 Metode Sintesis Solvothermal dan Hidrotermal	8
2.4 Sintesis HKUST-1	8
2.5 Karakterisasi	10
2.5.1 Spektroskopi Infra Merah	10
2.5.2 Difraksi Sinar X	13
2.5.3 Termogravimetric Analysis	16
2.5.4 Scanning Electron Microscopy (SEM) dan EDX	18
2.5.5 Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen	22
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	<b>29</b>
3.1 Alat dan Bahan	29
3.1.1 Alat	29
3.1.2 bahan	29

3.2 Prosedur Sintesis HKUST-1	29
3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis	30
3.3.1 Difraksi Sinar X (XRD)	30
3.3.2 Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR)	30
3.3.3 Analisis Termogravimetri.	31
3.3.4 Scanning Electron Microscopy (SEM) dan EDX	31
3.3.5 Adsorpsi-desorpsi Nitrogen	31
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	<b>33</b>
4.1 Sintesis HKUST-1	33
4.2 Hasil Karakterisasi	36
4.2.1 Hasil Karakterisasi Difraksi Sinar-X	36
4.2.2 Hasil Analisis FTIR	38
4.2.3 Hasil Pengamatan SEM-EDX	40
4.2.4 Hasil Analisis Termogravimetri (TGA)	45
4.2.5 Hasil Analisis Isoterm Adsorpsi-desorpsi Nitrogen	46
<b>BAB V KESIMPULAN</b>	<b>51</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>53</b>
<b>LAMPIRAN</b>	<b>57</b>
<b>BIODATA PENULIS</b>	<b>79</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur MOF	5
Gambar 2.2	Struktur MOF	6
Gambar 2.3	Struktur HKUST-1	7
Gambar 2.4	Spektra FTIR HKUST-1	12
Gambar 2.5	Prinsip Kerjan XRD	14
Gambar 2.6	Puncak XRD	15
Gambar 2.7	Pola XRD HKUST-1	15
Gambar 2.8	Grafik TGA HKUST-1	18
Gambar 2.9	Skema dasar SEM	19
Gambar 2.10	Hamburan elektron	20
Gambar 2.11	Morfologi HKUST-1	21
Gambar 2.12	Tipe adsorpsi isotherm	23
Gambar 2.13	Mekanisme adsorpsi pada material non pori	24
Gambar 2.14	Mekanisme adsorpsi pada material mikropori	25
Gambar 2.15	Mekanisme adsorpsi pada material mesopori	26
Gambar 2.16	Grafik adsorpsi-desorpsi N <sub>2</sub> HKUST-1	27
Gambar 4.1	Proses sintesis	34
Gambar 4.2	Padatan hasil sintesis	35
Gambar 4.3	Pola XRD hasil sintesis	36
Gambar 4.4	Spektra IR hasil sintesis	38
Gambar 4.5	Morfologi hasil sintesis murni	40
Gambar 4.6	Morfologi hasil sintesis P6	41
Gambar 4.7	Morfologi hasil sintesis P9	42
Gambar 4.8	Hasil SEM-EDX sampel murni	43
Gambar 4.9	Hasil SEM-EDX sampel P6	44
Gambar 4.10	Hasil SEM-EDX sampel P9	44
Gambar 4.11	Grafik termogram hasil sintesis	46
Gambar 4.12	Kurva isothermal adsorpsi-desorpsi nitrogen	47
Gambar 4.13	Kurva BJH dari material HKUST-1	48
Gambar 4.14	Kurva HK dari material HKUST-1	49

## **DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1	Korelasi spektra IR	11
Tabel 3.1	Variasi penambahan volume PEG	30
Tabel 4.1	Massa padatan hasil sintesis	35
Tabel 4.2	Intensitas dan kristalinitas XRD	37
Tabel 4.3	Bilangan gelombang IR hasil sintesis	38
Tabel 4.4	Hasil analisis EDX HKUST-1	45
Tabel 4.5	Hasil luas permukaan dan volume pori HKUST-1	48

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **1.1 Latar Belakang**

*Metal organic framework* (MOF) merupakan material berpori yang terdiri dari ion logam atau kluster logam dengan ligan organik yang terikat dengan ikatan koordinasi. MOF memiliki karakteristik yang unik yakni memiliki diameter pori yang kecil ( $<2$  nm), densitas yang rendah dan memiliki ukuran mikropori (Eddaoudi dkk, 1999). Karena MOF memiliki luas permukaan yang tinggi, maka MOF sering digunakan sebagai material penyimpan gas, separator gas dan katalis. Salah satu jenis MOF yang digunakan sebagai penyimpanan gas dan katalis adalah HKUST-1 (Hong Kong University of Science and Technology-1).

HKUST-1 merupakan senyawa polimer koordinasi yang tersusun dari Cu dimer dengan tetrakarboksilat yang terikat secara kovalen. Sebagai pembentuk dimer, setiap ion  $\text{Cu}^{2+}$  terkoordinasi dengan empat oksigen dari linker benzena trikarboksilat dan molekul air (Petit dkk., 2012). HKUST-1 berupa padatan kristal berwarna biru dan memiliki stabilitas termal sebesar  $240^{\circ}\text{C}$ . Senyawa ini berbentuk kristal kubus berpusat muka dan memiliki pori berbentuk persegi panjang dengan jarak antar ligan sebesar 9 Å. Berdasarkan struktur yang dimiliki, HKUST-1 dapat digunakan sebagai katalis karena memiliki struktur jaringan yang rapat dan simetris. Selain itu, HKUST-1 juga memiliki keunggulan, antara lain memiliki luas permukaan yang besar, volume pori yang tinggi, stabil terhadap bahan kimia, dan derajat keasaman Lewis yang tinggi (Seo dkk., 2008).

Senyawa HKUST-1 telah banyak disintesis dengan teknik solvothermal dan hidrotermal. Pada tahun 1999, Chui dan kawan-kawan telah mensintesis HKUST-1 dengan luas permukaan BET sebesar  $692,2 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$  dan volume pori sebesar  $0,33 \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$ . Selanjutnya, Chowdurry dkk. (2009) melaporkan, sintesis HKUST-1 dengan pemanasan suhu  $140^{\circ}\text{C}$  dan dihasilkan

HKUST-1 dengan luas permukaan BET sebesar  $857,15 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$  serta volume pori sebesar  $0,425 \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$ . Selain itu, sintesis HKUST-1 juga pernah dilaporkan oleh Loera-Serna pada tahun 2012 dengan pelarut dimetilformamida (DMF):etanol:H<sub>2</sub>O pada suhu ruang dan suhu  $120 \text{ }^\circ\text{C}$  dan diperoleh yield berturut-turut sebesar 67,3% dan 73,1%.

Baru-baru ini, HKUST-1 dilaporkan telah disintesis dengan menggunakan pelarut polietilen glikol (PEG) dan P104, serta digunakan sebagai katalis dalam reaksi oksidasi benzil alkohol (Xue dkk., 2014). PEG digunakan untuk membentuk dan menstabilkan logam nanopartikel pada proses oksidasi alkohol. Selain itu, PEG juga digunakan untuk mengubah ukuran pori HKUST-1 dari mikropori menjadi mesopori. PEG dipilih karena memiliki karakteristik yang fleksibel, mudah larut dalam air, metanol, benzena dan diklorometana serta memiliki kandungan toksik yang rendah. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode solvothermal pada suhu kamar ( $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ) dengan variasi jenis PEG. PEG yang digunakan yaitu PEG 300, PEG 400 dan PEG 600. Berdasarkan penelitian yang dilakukan, HKUST-1 yang memiliki luas permukaan terbesar adalah HKUST-1 yang disintesis dalam pelarut PEG 400. Selain itu, luas permukaan BET yang diperoleh lebih besar dibandingkan dengan sintesis sebelumnya yaitu sebesar  $1089,0 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$  dan memiliki volume pori sebesar  $0,217 \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$ . (Xue dkk., 2014).

Berdasarkan hasil penelitian yang pernah dilaporkan, pada penelitian ini dilakukan sintesis HKUST-1 dengan memodifikasi penelitian yang pernah dilakukan oleh Chowdurry dkk dan Xue dkk. Metode yang digunakan adalah metode solvothermal dengan pelarut etanol:dimetilformamida (DMF):H<sub>2</sub>O pada suhu  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  dan penambahan polietilen glikol sebagai pelarut aditif. Penelitian ini diharapkan mampu mendapatkan HKUST-1 dengan tingkat kemurnian yang tinggi.



## **1.2 Perumusan Masalah**

Permasalahan pada penelitian ini adalah bagaimana pengaruh penambahan polietilen glikol sebagai pelarut aditif pada sintesis HKUST-1 terhadap kristalinitas, morfologi, stabilitas termal, luas permukaan, dan ukuran pori.

## **1.3 Batasan Masalah**

Tujuan pada penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penambahan pelarut polietilen glikol pada sintesis HKUST-1 terhadap kristalinitas, morfologi, stabilitas termal, luas permukaan dan ukuran pori HKUST-1 yang didapatkan

## **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan pada penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penambahan polietilen glikol pada sintesis HKUST-1 terhadap kristalinitas, morfologi, stabilitas termal, luas permukaan dan ukuran pori HKUST-1 yang didapatkan.

## **1.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi ilmiah mengenai sintesis HKUST-1 dengan penambahan polietilen glikol.

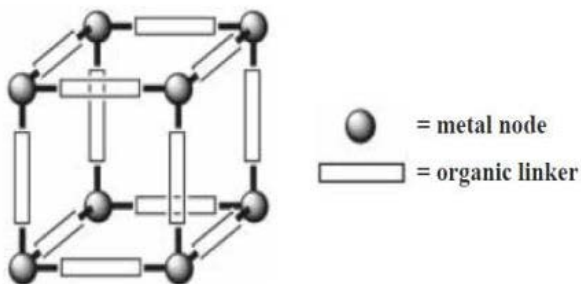
***“Halaman ini sengaja Dikosongkan”***

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Metal Organik Framework (MOF)

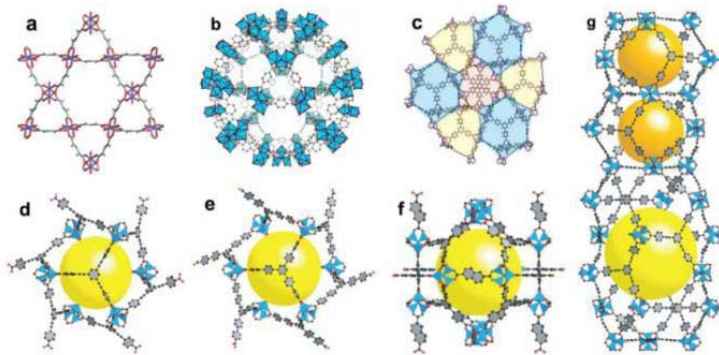
*Metal organik framework* (MOF) atau yang biasa dikenal sebagai polimer koordinasi pori merupakan kelas baru dari zeolit seperti padatan hybrid. Senyawa kristalin yang disusun dari ion logam atau kompleks koordinasi biasanya molekul organik rigid agar dapat membentuk struktur pori sekitar 2 nm (Czaja dkk.,2009). Pada struktur kerangka MOF seperti pada gambar 2.1, node logam (ion logam atau kluster logam) berfungsi sebagai titik penghubung, sedangkan ligan organik berfungsi sebagai jembatan molekul untuk menghubungkan node logam yang koordinatif membentuk kerangka tiga dimensi. Node logam digunakan untuk mengontrol geometri ekstensi (linear, tetrahedral, octahedral, dll). Sedangkan linker organik digunakan untuk mengontrol fitur seperti kekuatan mengikat dan ukuran pori yang terbentuk di dalam material tersebut (Ma Mingyan dkk, 2011).



Gambar 2.1 Struktur MOF (Ma Mingyan dkk, 2011)

Secara umum, material ini disintesis dengan menggunakan cetakan dari logam atau oksida logam yang saling berikatan dengan ligan organik. Perbedaan ruang logam dan sifat kimia ligan dapat menghasilkan banyak variasi topologi *framework* yang lain. Apabila pori yang dihasilkan stabil maka dapat digunakan untuk menyimpan gas seperti hidrogen dan

karbondioksida. Aplikasi lainnya digunakan untuk pemurnian gas, pemisahan gas, penukar ion, katalis dan sensor (Czaja dkk.,2009). Terdapat beberapa subkelas MOF berdasarkan ion logam dan ligan organik penyusunnya, seperti IRMOF (*Isorecticular Metal Organik Framework*), ZIF (*Zeolitic Imidazolate Frameworks*), HKUST-1 (*Hongkong University of Science and Technology-1*), dan lain sebagainya. Dengan memvariasikan konsentrasi logam dan ligan, dapat memudahkan pengaturan pori dari MOF dibandingkan dengan material yang lain sehingga jenis material ini terus dikembangkan oleh peneliti.



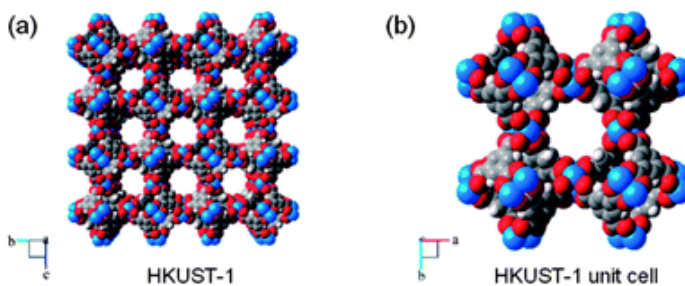
Gambar 2.2 Struktur dari MOF: a. HKUST-1, b. MIL-101, c. CMUM-2, d. MOF-180, e. MOF-200, f. MOF-205, dan g. MOF-210

Sebagian besar sintesis MOF dilakukan dengan menggunakan fasa cair. Garam logam dan larutan ligan dicampur bersama atau ditambahkan pelarut ke dalam reactor. Pemilihan pelarutnya berdasarkan reaktivitas, kelarutan, potensial redoks, stabilitas konstan, dll. Fungsi pelarut untuk menentukan termodinamika dan energi aktivasi pada reaksi tertentu. Pada umumnya, sintesis MOF menggunakan metode solvothermal tetapi metode lainnya seperti sintesis microwave, elektrokimia, mechanochemical dan sintesis sonochemical telah diterapkan sebagai alternatif untuk sintesis MOF. Pada saat reaksi

solvothermal berlangsung, kristal akan larut ke dalam larutan panas. MOF akan terbentuk dengan membentuk jembatan ligan organik yang tetap utuh saat sintesis berlangsung. Sintesis MOF diawali dengan penambahan template dan ligan organik pada prekursor MOF. Template merupakan ion yang akan mempengaruhi struktur dari MOF (Dinca dan Long, 2008).

## 2.2 HKUST-1

HKUST-1 merupakan senyawa polimer MOF yang terusun atas Cu dimer dengan tetrakarboksilat yang terikat secara kovalen. HKUST-1 pertama kali disintesis dan dilaporkan oleh Chui dkk pada tahun 1999. HKUST-1 memiliki bentuk berupa padatan kristal, berwarna biru dan memiliki stabilitas thermal sebesar 240 °C. Senyawa ini berbentuk kristal kubus berpusat muka dan memiliki pori berbentuk persegi panjang dengan jarak antar ligan sebesar 9 Å. HKUST-1 memiliki struktur yang tersusun dari ion  $\text{Cu}^{2+}$  sebagai pembentuk dimer sehingga pada tiap ion  $\text{Cu}^{2+}$  akan terkoordinasi dengan 4 oksigen dari linker BTC dan molekul air (Petit dkk.,2012). Adanya molekul air dalam sistem koordinasi ion Cu menyebabkan adanya kekosongan pada ion  $\text{Cu}^{2+}$  apabila sampel mengalami dehidrasi sehingga HKUST-1 dapat berinteraksi dengan molekul asing. Dehidrasi pada HKUST-1 tidak menyebabkan perubahan biloks pada tembaga dan kristalinitasnya tetap terjaga (Prestipino dkk, 2006).



Gambar 2.3 Struktur a) HKUST-1 dan b) unit sel HKUST-1

Berdasarkan struktur yang dimiliki, HKUST-1 dapat digunakan sebagai penyimpanan hidrogen dan katalis karena memiliki struktur jaringan yang rapat dan simetris (Petit dkk.,2012). Selain itu, HKUST-1 juga memiliki keunggulan, antara lain memiliki luas permukaan yang besar, volume pori yang tinggi, bahan kimia yang stabil, dan derajat keasaman Lewis yang tinggi (Seo dkk, 2008).

### **2.3 Metode Sintesis Solvothermal dan Hidrotermal**

Hidrotermal atau solvothermal merupakan metode sintesis pembentukan suatu kristal dengan memanfaatkan kelarutan suatu sampel dalam suatu pelarut tertentu. Pelarut dapat mengontrol konsentrasi dari spesi kimia dalam larutan yang dapat mempengaruhi laju reaksi dari suatu sistem dan mampu memodifikasi ikatan koordinasi serta struktur dari suatu spesi kimia yang terbentuk (Demazeau, 2010).

Proses Hidrotermal yang dilakukan oleh Jerman Robert Wilhelm Bunsen pada tahun 1883 menggunakan larutan encer sebagai media dan menempatkannya dalam tabung pada keadaan suhu diatas 200 °C dan tekanan diatas 100 bar. Material yang digunakan adalah barium karbonat dan stronsium karbonat. Pada proses solvothermal, pelarut yang digunakan suhu dan tekanan di atas titik didihnya. Hal ini dapat mengakibatkan terjadinya peningkatan daya larut dari padatan dan meningkatnya reaksi antar padatan. Pada proses hidrotermal, air berfungsi sebagai pelarut dan harus dilakukan dalam sistem tertutup. Tujuannya adalah untuk mencegah hilangnya pelarut saat proses pemanasan diatas titik didihnya.

### **2.4 Sintesis HKUST-1**

Proses HKUST-1 telah dilakukan dengan menggunakan metode solvothermal. Pada suhu ruang, Loera-Serna dkk melarutkan benzena trikarboksilat dalam pelarut DMF:Etanol dan tembaga (II) nitrat trihidrat dalam pelarut H<sub>2</sub>O dengan perbandingan 1:1:1. Kemudian kedua larutan tersebut



dicampurkan dan ditambah TEA, dilakukan pengadukan selama 24 jam pada suhu ruang. Padatan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan pelarut yang sama. Padatan yang telah dicuci lalu dikeringkan pada suhu 60 °C selama 5 jam (Loera-Serna, 2012).

Pada penelitian dengan menggunakan suhu rendah, Chowdurry dan kawan-kawan pada tahun 2009 melakukan sintesis HKUST-1 dengan melarutkan asam 1,3,5-benzena trikarboksilat ke dalam pelarut ethanol:DMF (1:1) dan tembaga(II) nitrat trihidrat dalam pelarut air. Kemudian, kedua larutan tersebut dicampur dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit. Campuran dipindahkan ke dalam *autoclave stainless steel* berlapis teflon dan dipanaskan pada suhu 100 °C selama 10 jam. Kemudian campuran didinginkan sampai suhu kamar dan disaring. Kristal yang terbentuk diekstraksi menggunakan ekstraktor sokhlet selama 24 jam untuk menghilangkan pelarut DMF. Kristal yang terbentuk dikeringkan pada suhu kamar dan dikarakterisasi. Hasil karakterisasinya menghasilkan luas permukaan dan volume pori sebesar 1482 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup> dan 0,753 cm<sup>3</sup>g<sup>-1</sup>. Hasil yang diperoleh telah mendekati hasil sintesis yang dilakukan oleh Liu dkk yaitu 1482 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup> dan 0,929 cm<sup>3</sup>g<sup>-1</sup>. Ukuran partikel yang dihasilkan sebesar 35,9 µm.

Selain menggunakan suhu ruang dan rendah, penelitian dengan metode yang sama juga dilakukan pada suhu tinggi. Chowdurry dkk, berhasil mensintesis HKUST-1 dengan melarutkan asam 1,3,5-benzena trikarboksilat dalam pelarut etanol dan tembaga (II) nitrat trihidrat dalam pelarut aqua DM. Kemudian kedua larutan dicampur dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 16 jam. Campuran yang telah homogen dipindahkan ke dalam *autoclave stainless steel* berlapis teflon dan dipanaskan dalam oven suhu 14 °C selama dua hari atau 48 jam. Lalu, campuran didinginkan pada suhu kamar. Padatan kristal yang terbentuk disaring, dicuci dengan aqua DM dan dikeringkan pada suhu 85 °C selama satu malam. Kristal HKUST-1 yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan adsorpsi-

desorpsi  $N_2$ . Hasil karakterisasi menunjukkan luas permukaan yang diperoleh sebesar  $857 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$  (Chowdurry dkk., 2009).

Selain Chowdurry dkk, Loera-Serna juga menggunakan prekursor yang sama seperti yang ia lakukan pada suhu ruang tetapi pada metode ini, suhu yang digunakan sebesar  $120^\circ\text{C}$  dan mengalami proses pengadukan selama 24 jam. Hasilnya berupa padatan serbuk HKUST-1 berwarna biru sebesar 73,1 %.

Baru-baru ini, HKUST-1 juga disintesis dengan menggunakan pelarut polietilen glikol (PEG). Terdapat tiga jenis PEG yang digunakan dalam penelitian ini yaitu PEG 300, PEG 400 dan PEG 600. Selain sebagai pelarut, fungsi polietilen glikol digunakan sebagai penstabil logam nanopartikel pada reaksi oksidasi dan penstabil ukuran mesopori pada MOF. Sintesis ini dilakukan dengan melarutkan tembaga (II) asetat hidrat ke dalam larutan P104/PEG. Kemudian ditambahkan dengan trietilamin (TEA) dan diaduk selama 44 jam pada suhu ruang ( $25^\circ\text{C}$ ). Kristal yang diperoleh, disaring dan dicuci dengan etanol selama beberapa kali. Kemudian, dikeringkan dengan menggunakan pengeringan vakum selama dua hari atau 48 jam pada suhu  $65^\circ\text{C}$ . Kristal yang diperoleh lalu dikarakterisasi dengan menggunakan adsorpsi-desorpsi Nitrogen untuk mengetahui luas permukaan HKUST-1 dari variasi pelarut PEG yang dilakukan. Luas permukaan HKUST-1 dengan pelarut PEG 300 sebesar  $410,3 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ ; PEG 400 sebesar  $1089,0 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ ; dan PEG 600 sebesar  $8825,5 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$  (Xue dkk., 2014).

## **2.5 Karakterisasi**

### **2.5.1 Spektroskopi Infra Merah**

Spektroskopi FTIR adalah teknik pengukuran untuk mengumpulkan spektrum inframerah. Energi yang diserap sampel pada berbagai frekuensi sinar inframerah direkam lalu diteruskan ke interferometer. Sinar pengukuran sampel diubah menjadi interferogram. Perhitungan secara matematika untuk sinyal tersebut akan menghasilkan spektrum yang identik dengan pada spektrofotometer inframerah. Mekanismenya sebagai berikut,

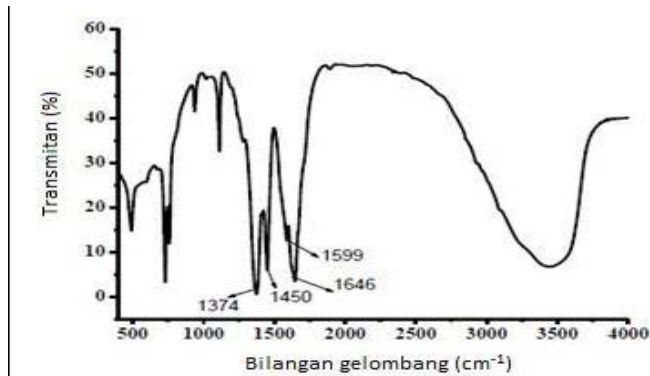
sinar yang datang akan diteruskan dan akan dipecah oleh pemecah sinar menjadi dua bagian sinar yang saling tegak lurus. Sinar ini kemudian dipantulkan oleh dua cermin yaitu cermin diam dan cermin bergerak. Sinar hasil pantulan kedua cermin akan dipantulkan kembali menuju pemecah sinar untuk saling berinteraksi. Dari pemecah sinar, sebagian sinar akan disalurkan menuju cuplikan dan sebagian lagi akan disalurkan menuju sumber sinar. Gerakan cermin (slit) yang maju mundur akan menyebabkan sinar yang sampai pada detektor akan mengalami fluktuasi. Sinar akan saling menguatkan ketika kedua cermin memiliki jarak yang sama terhadap detektor, dan akan saling melemahkan jika kedua cermin memiliki jarak yang berbeda. Fluktuasi sinar yang sampai pada detektor ini akan menghasilkan sinyal pada detektor yang disebut dengan interferogram. Interferogram ini yang akan diubah menjadi spektra IR dengan bantuan komputer berdasarkan operasi matematika (Tahid, 1994).

Tabel 2.1 Korelasi Spektra Inframerah

Ikatan Tunggal ke Hidrogen	Jenis Ikatan	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Keterangan
	C-H	3000 - 2850	Alkana jenuh
	=C-H	3100 - 3000	Alkana tak jenuh atau aromatik
	O=C-H	2800 - 2700	Aaldehid, dua puncak lemah
	O-H	3400 - 3000	Alkohol, air dan fenol
	O-H bebas	3600	
	N-H	3450-3100	Amina
Ikatan Tunggal (bukan Hidrogen)	C-C	Tidak tetap	
	C-O, C-N	1400 - 1000	

Rangkap Dua	C=O	1840 – 1800 dan 1780 -1740	Anhidrida
	C=O	1750 - 1715	Ester
	C=O	1740 – 1680	Aldehid
	C=O	1725 – 1665	Asam karboksilat
	C=O	1675 – 1600	Amida
	C=C	1675 – 1600	
	C=N	1690 – 1630	
Rangkap Tiga	N=O	1650 – 1510 dan 1370 - 1330	Senyawa nitro
	C rangkap tiga	2260 – 2120	
	CN rangkap tiga	2260 - 2220	

Spektra FTIR dari material HKUST-1 dapat dilihat pada Gambar 2.4, dapat diidentifikasi pada bilangan gelombang 1374 – 1450  $\text{cm}^{-1}$ , terdapat puncak yang menunjukkan adanya ikatan C=C aromatik. Muncul puncak pada bilangan gelombang 1599-1646  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya ikatan C=O karbonil. Pada bilangan gelombang 3000 – 3500  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus hidroksil yang berasal dari ligan  $\text{H}_2\text{O}$  (Kumar dkk, 2013).



Gambar 2.4 Spektra FTIR HKUST-1

### 2.5.2 Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar X (*X-ray Diffractometer*) atau yang biasa dikenal dengan XRD merupakan alat instrumentasi yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit maupun non-kristalit dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta mendapatkan ukuran partikel. Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang antara 0,5 - 2,5 Å. sinar-X berasal dari tumbukan elektron yang memiliki kecepatan tinggi dengan logam sasaran. Elektron-elektron yang ditumbukkan akan mengalami pengurangan kecepatan dengan cepat dan energi yang dihasilkan akan diubah menjadi foton. Tabung sinar-X harus memiliki sumber elektron, tegangan tinggi dan logam sasaran (Warren, 1969).

Difraksi sinar X terjadi pada pantulan elastisitas foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Pantulan tersebut akan memberikan interferensi yang konstruktif. Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal berdasarkan persamaan Bragg :

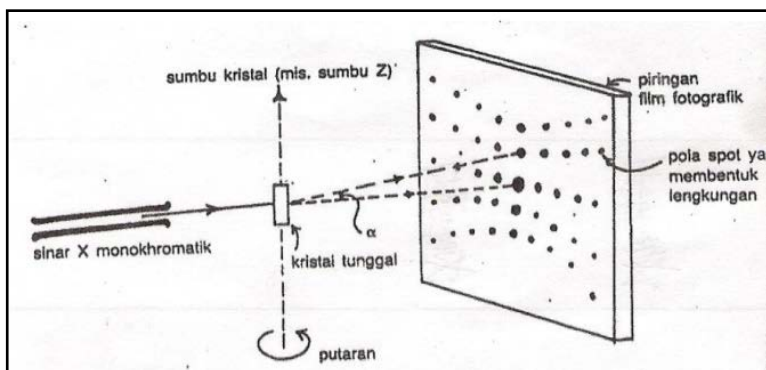
$$n \times \lambda = 2 \times d \times \sin\theta \quad ; n = 1, 2, \dots$$

Dimana,  $\lambda$  adalah panjang gelombang dari sinar-X yang digunakan,  $d$  adalah jarak antara dua bidang kisi,  $\theta$  adalah sudut

antara sinar datang dengan bidang abnormal, dan  $n$  adalah bilangan bulat atau orde pembiasan.

Berdasarkan persamaan Bragg, apabila seberkas sinar-X dijatuhkan pada sebuah sampel kristal, maka bidang tersebut akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal. Kemudian sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detector dan diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal maka semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Hasil XRD yang diperoleh akan memiliki banyak puncak, setiap puncak yang muncul mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Kemudian puncak-puncak yang diperoleh akan dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X, standar ini disebut JCPDS (Warren, 1969).

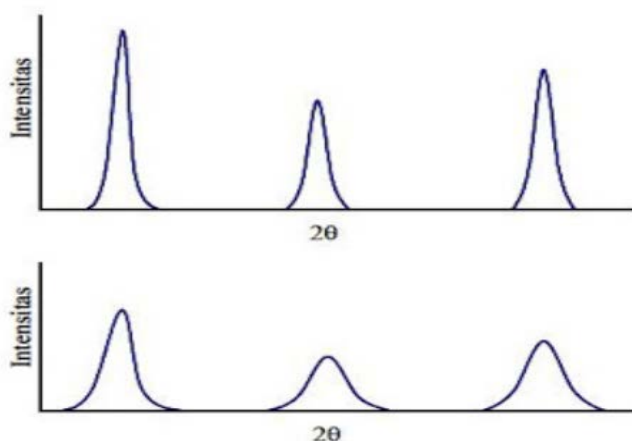
Alat yang digunakan untuk mengukur dan mempelajari difraksi sinar-X adalah Goniometer. Pada metode kristal tunggal, sebuah kristal akan diatur hingga dapat berotasi pada salah satu sumbu kristalnya. Ketika kristal diputar pada salah satu sumbu, seberkas sinar monokromatis dipancarkan ke arah kristal. Ketika kristal berputar, perangkat bidang yang ada pada kristal akan memantulkan berkas sinar-X. Berkas sinar-X yang dipantulkan kemudian direkam pada sebuah piringan datar dan akan menghasilkan pola yang seperti terlihat pada gambar 2.5.



Gambar 2.5 Difraksi sinar-X menggunakan metode rotasi kristal



Keuntungan menggunakan metode difraksi sinar-X adalah struktur molekul yang sangat kompleks dapat ditentukan, misalnya struktur DNA. Selain itu, XRD dapat digunakan untuk membedakan material yang bersifat kristal dengan amorf, mengukur macam-macam kecacatan dan penyimpangan Kristal, identifikasi mineral-mineral yang berbutir halus seperti tanah liat, dan menentukan dimensi-dimensi sel satuan. Dengan menggunakan teknik khusus, XRD juga dapat digunakan untuk analisis kuantitatif dari mineral dan menentukan struktur kristal (Callister, 2009).



Gambar 2.6 Puncak XRD

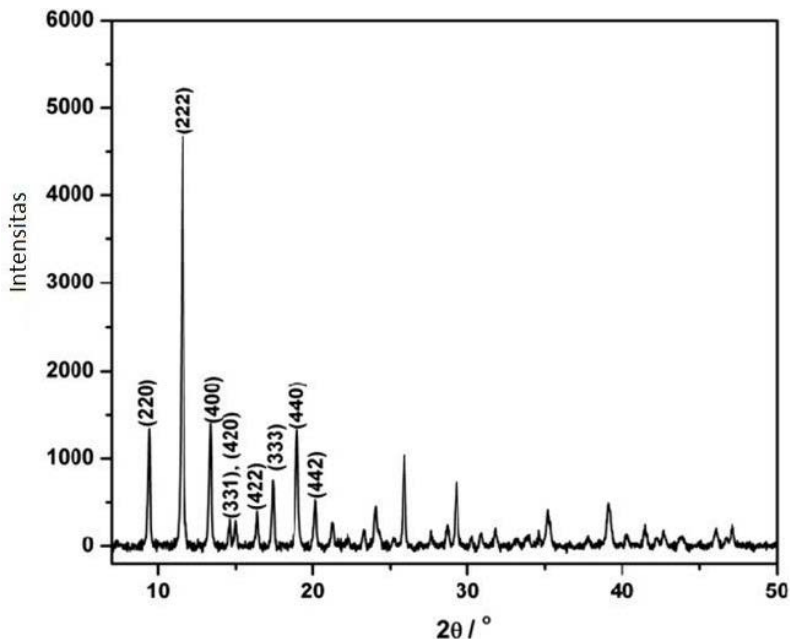
Metode yang sering digunakan untuk menganalisa struktur kristal adalah metode Scherrer. Ukuran kristal ditentukan berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-X yang muncul. Metode ini dapat memprediksi ukuran kristalin bukan ukuran partikel. Namun, untuk partikel yang berukuran nanometer, biasanya satu partikel mengandung satu kristallites. Dengan begitu, ukuran kristallites yang diprediksi juga dapat menjadi ukuran partikel. Berdasarkan metode ini, semakin kecil ukuran kristallites maka semakin lebar puncak difraksi yang dihasilkan, begitu sebaliknya. Pola difraksi dihasilkan oleh interferensi secara

konstruktif cahaya yang dipantulkan oleh bidang-bidang kristal. Berikut adalah persamaan scherer :

$$L = \frac{K \times \lambda}{B \times \cos(\theta)}$$

Keterangan:

L = ukuran kristallite; K merupakan konstanta (0,8–1);  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X; nilai B yang dipakai adalah nilai FWHM; dan  $\theta$  adalah sudut Bragg's (Callister, 2009).



Gambar 2.7 Pola XRD HKUST-1

Dari Gambar 2.7, padatan kristal HKUST-1 memberikan puncak khas yang mengindikasikan bahwa padatan HKUST-1 telah terbentuk. Puncak tersebut akan muncul pada  $2\theta = 9,5^\circ$ ;  $11,6^\circ$ ; dan  $13,4^\circ$ . Intensitas yang paling tinggi akan muncul pada puncak  $2\theta = 11,6^\circ$  (Kumar dkk, 2013).

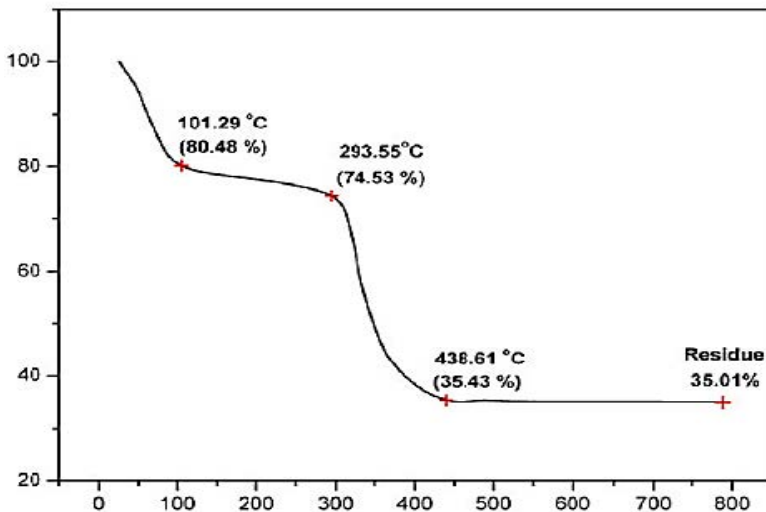
### 2.5.3 *Termogravimetic Analysis (TGA)*

Termogravimetri merupakan teknik untuk mengukur perubahan berat dari suatu senyawa sebagai fungsi dari suhu ataupun waktu. Hasil yang diperoleh berupa rekaman diagram yang kontinu dan reaksi dekomposisi satu tahap yang skematik. Teknik ini dapat digunakan untuk menganalisis bahan yang menunjukkan massa yang berkurang atau berlebih karena proses dekomposisi, oksidasi atau hilangnya bahan yang mudah menguap (seperti kelembaban). Proses kehilangan massa pada TGA terjadi karena adanya proses dekomposisi yaitu pemutusan ikatan kimia, evaporasi yaitu kehilangan atsmi pada peningkatan suhu, reduksi yaitu interaksi bahan dengan pereduksi dan desorpsi. Sedangkan kenaikan massa disebabkan oleh proses oksidasi yaitu interaksi bahan dengan zat pengoksidasi dan adsorpsi. TGA sangat berguna untuk mempelajari bahan polimer, termasuk termoplastik, termoset, elastomer, komposit, film, serat, pelapis dan cat (Brown, 2004).

Prinsip kerja dari TGA adalah dengan memilih material berupa serbuk kemudian dimasukkan ke dalam cawan kecil yang terbuat dari bahan platina, alumina atau teflon. Pemilihan cawan disesuaikan dengan bahan uji dan dipastikan agar bahan uji tidak bereaksi dengan bahan cawan serta tidak lengket ketika dipanaskan. Analisa juga memerlukan bahan standar sebagai pembandingan dan penyeimbang timbangan mikro. Bahan standar yang digunakan adalah alumina. Kemudian alumina dan bahan uji dimasukkan ke dalam cawan lalu dimasukkan ke dalam alat TGA. Setelah sampel dimasukkan, suhu dalam alat TGA dapat diprogram sesuai dengan kecepatan perubahan suhu tertentu. Ketika proses pemanasan terjadi, massa dari sampel diamati hingga suhu akhir. Agar suhu dalam TGA stabil, maka dialirkan gas inert kemudian gas tersebut akan keluar melalui saluran pembuangan yang disebut *exhaust* (Coats, 1963).

Berdasarkan gambar 2.8, terjadi penurunan massa sebanyak tiga kali. Penurunan massa yang pertama sebesar 19,5% pada suhu 50 – 12 °C yang mengindikasikan terjadinya

penghilangan kelembaban. Penurunan massa yang kedua terjadi pada suhu 120 – 293 °C sebesar 6% yang menandakan hilangnya dua molekul air. Penurunan massa yang ketiga terjadi pada suhu 293 °C hingga suhu 438 °C yang menandakan rusaknya kerangka HKUST-1 karena terdegradasi pada suhu tinggi (Kumar, 2013).



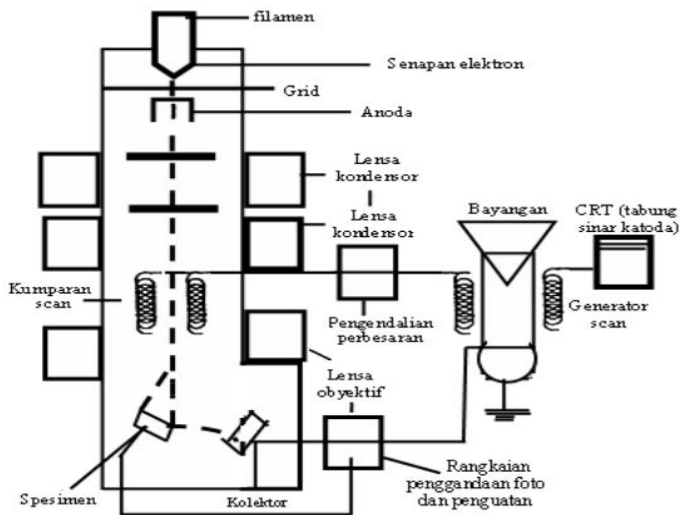
Gambar 2.8 Grafik analisis TGA HKUST-1

#### 2.5.4 *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dan EDX

*Scanning Electron Microscopy (SEM)* merupakan mikroskop elektron yang banyak digunakan dalam ilmu pengetahuan material karena memiliki kombinasi yang unik, mulai dari persiapan spesimen yang simple dan mudah, kapabilitas tampilan yang bagus serta fleksibel. SEM digunakan pada sampel yang berukuran tebal dan memungkinkan untuk analisis permukaan. Karakterisasi bahan menggunakan SEM dimanfaatkan untuk mengamati struktur topografi permukaan, ukuran butiran, cacat struktural dan komposisi pencemaran suatu bahan. Hasilnya dapat dilihat secara langsung berupa *Scanning Electron Micrograph* yang menyajikan gambar atau foto bentuk

tiga dimensi. Mikroskop ini digunakan untuk melihat struktur permukaan objek dan dapat diperbesar antara 1.000 – 40.000 kali. Hasil gambar topografi berupa permukaan bahan dengan berbagai lekukan dan tonjolan (Beck, 1977).

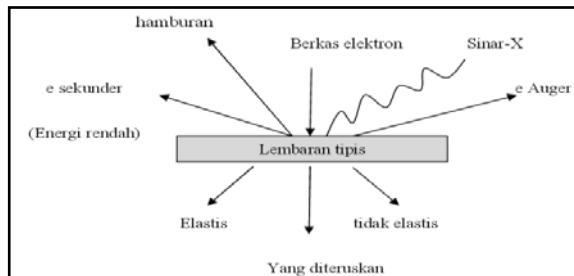
Prinsip kerja SEM adalah sumber elektron dari filamen yang terbuat dari tungsten akan memancarkan berkas elektron. Jika elektron tersebut berinteraksi dengan (bahan) specimen akan menghasilkan elektron sekunder dan sinar-X yang karakteristik. *Scanning* pada permukaan sampel yang diinginkan dapat dilakukan dengan mengatur *scanning generator* dan *scanning coils*. Elektron dengan permukaan specimen akan ditangkap oleh detector SE (*Secondary Electron*) lalu diolah dan diperkuat oleh *amplifier*. Setelah itu, akan divisualisasikan ke dalam monitor sinar katoda atau *Cathode Ray Tube* (CRT) (Beck, 1977).



Gambar 2.9 Skema dasar SEM

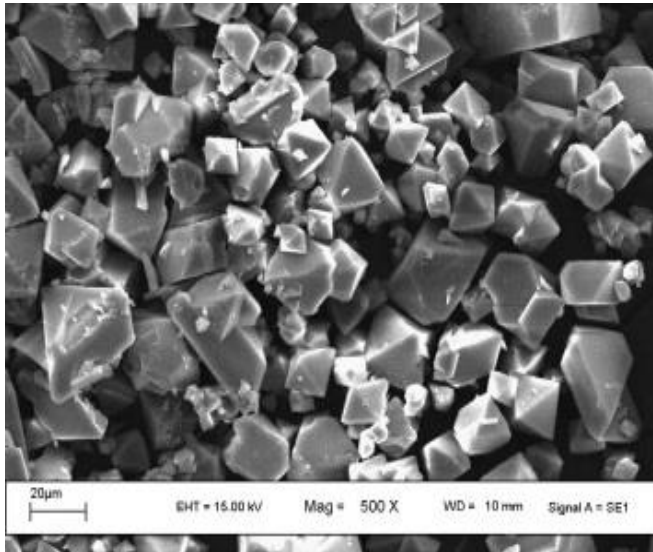
EDX (*Energi Dispersive X-Ray*) merupakan salah satu jenis karakterisasi dari bahan semikonduktor dan digunakan untuk

menentukan komposisi kimia dari suatu bahan. Sistem analisis EDX terintegrasi dengan SEM, jadi EDX tidak dapat bekerja tanpa adanya SEM. Prinsip kerjanya adalah dengan menangkap dan mengolah sinyal *fluorosens* dari sinar-X yang keluar ketika berkas elektron mengenai bahan (spesimen). Struktur suatu material dapat diketahui dengan cara melihat interaksi yang terjadi jika suatu specimen padat dikenai berkas elektron. Sebagian berkas elektron yang jatuh akan dihamburkan, sedangkan yang sebagian lagi akan diserap dan menembus specimen. Apabila ukuran specimen tipis, maka sebagian besar akan ditransmisikan dan beberapa elektron akan dihamburkan secara elastis tanpa kehilangan energi, sementara sebagian akan dihamburkan secara tidak elastis. Interaksi dengan atom dalam spesimen menghasilkan pelepasan elektron energi rendah, foton sinar-X dan elektron auger, yang dapat digunakan untuk karakterisasi material (Smallman, 2000).

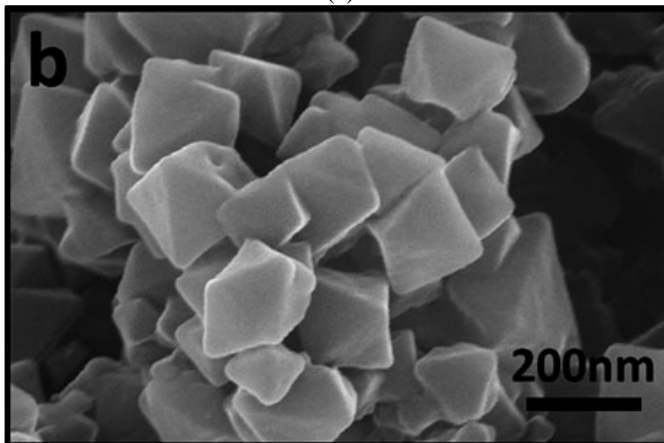


Gambar 2.10 Hamburan elektron yang jatuh pada lembaran tipis

Teknik ini dapat dimanfaatkan untuk mengamati unsur-unsur pada daerah kecil permukaan secara kualitatif dan semikuantitatif. Hal ini disebabkan karena masing-masing unsure menyebar pada panjang gelombang yang spesifik. Jika teknik SEM dan EDX digabungkan, maka keduanya dapat digunakan untuk mengidentifikasi unsure-unsur yang dimiliki oleh fase yang terlihat pada struktur mikro (Prafit Wiyantoko, 2009).



(a)



(b)

Gambar 2.11 Morfologi HKUST-1 (a) Tanpa penambahan PEG-400 (Chowdurry dkk, 2009) dan (b) dalam pelarut PEG-400 (Xue dkk, 2014)

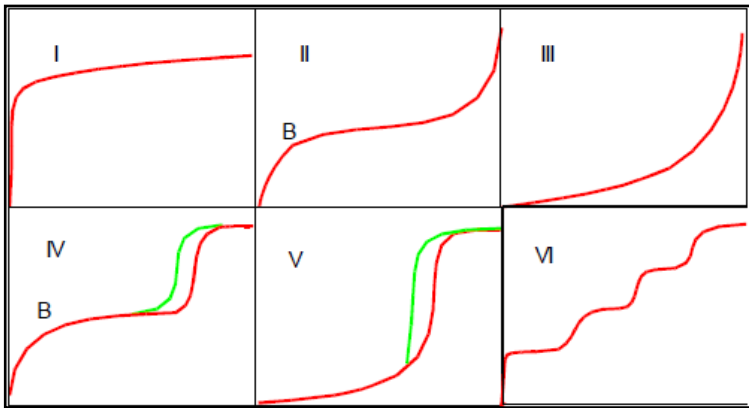
Berdasarkan Gambar 2.11 (a), kristal HKUST-1 berbentuk kotak dengan beberapa kristal berbentuk octahedral sempurna (Chowdurry dkk, 2009). Pada Gambar 2.11 (b) bentuk kristal HKUST-1 memiliki morfologi octahedral. Strukturnya berbentuk segi delapan dan dibangun dari kristal ultrafin sehingga membentuk struktur mesopori. Penambahan PEG dimasukkan ke dalam pori-pori struktur kristal melalui interaksi ikatan hidrogen yang bertindak sebagai penyangga dan dapat menstabilkan mesopori (Xue dkk, 2014).

### **2.5.5 Adsorpsi-desorpsi Nitrogen**

Pengukuran adsorpsi desorpsi Nitrogen merupakan teknik konvensional dan sederhana dalam menganalisis struktur berpori suatu permukaan padatan atau kristal yang digunakan dalam metode BET. Analisis ini biasanya digunakan pada material katalis maupun material penyimpan seperti zeolit, oksida logam, MOF dan karbon aktif karena membutuhkan material dengan luas permukaan yang besar (Sing dkk, 1982).

Tenik yang digunakan adalah dengan mengukur jumlah gas yang teradsorp (adsorbat) oleh suatu padatan dalam keadaan isothermal pada variasi tekanan gas. Gas yang biasa digunakan adalah gas Nitrogen yang memiliki sifat Inert. Adsorpsi nitrogen dilakukan untuk mengetahui luas permukaan sampel dan ukuran pori sampel. Cara kerjanya dengan melewati gas Nitrogen pada permukaan padatan sehingga dapat melapisi permukaan di lapisan pertama pada suhu 77 K dengan tekanan vakum. Fisisorpsi ini tidak bergantung pada sifat sampel tetapi bergantung pada luas permukaan dan struktur pori. Molekul-molekul gas pada layer pertama (monolayer) akan teradsorp karena adanya gaya tarik molekul gas dengan substrat. Molekul gas pada fase multilayer akan teradsorp karena adanya gaya tarik menarik antar molekul gas. Cara menghitung luas permukaan adalah dengan cara menghitung banyaknya molekul  $N_2$  yang teradsorp, sedangkan untuk mengukur ukuran pori dengan cara menentukan tekanan kondensasi gas dalam pori-pori padatan (Sing dkk, 1985).





Gambar 2.12 Tipe adsorpsi Isotherm I-IV (Adamson, 1999)

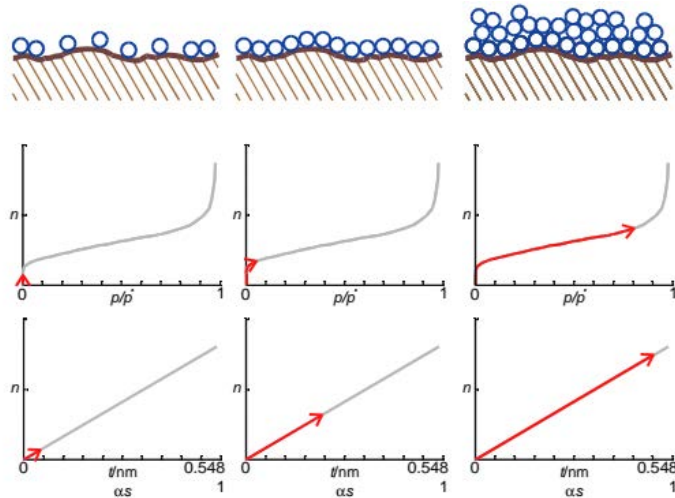
Berdasarkan Gambar 2.12, tipe I menjelaskan tipe adsorpsi isotherm untuk padatan mikropori. Pada tipe II dan III menunjukkan tipe untuk padatan yang tidak berpori atau padatan makropori. Tipe IV merupakan adsorpsi isotherm untuk padatan mesopori. Tipe V menunjukkan adanya interaksi antar molekul nitrogen lebih kuat jika dibandingkan dengan interaksi antara nitrogen dengan padatan, sedangkan tipe VI merupakan adsorpsi isotherm untuk padatan yang tidak berpori dan memiliki permukaan yang seragam. Pada grafik tipe V dan VI muncul garis *hysteresis* yang menunjukkan bahwa jumlah gas yang diadsorpsi berbeda dengan jumlah gas yang dilepaskan (didesorpsi) (Adamson, 1999).

Terjadinya bentuk kurva isothermal yang khas pada beberapa material dapat dijelaskan sebagai berikut:

- Material non pori

Material non pori memiliki permukaan yang hampir datar. Tidak memiliki aplikasi tekanan,  $P/P_o = 0$  dan memiliki gas yang terdadsorpsi sangat sedikit. Pada Grafik 2.13 terlihat kurva naik sedikit demi sedikit yang menunjukkan jumlah gas yang teradsorpsi sangat kecil. Kenaikan tekanan sampai  $P/P_o$  hampir 1 ternyata tidak

banyak membuat gas teradsorp pada material non pori. Hal ini ditunjukkan berdasarkan kenaikan volume gas ( $n$ ) yang masih rendah. Pada daerah ini, belum terjadi adsorpsi multilayer. Namun, jumlah gas yang teradsorp tidak terlalu banyak, sehingga dapat menunjukkan bahwa luas permukaan material non pori sangat rendah.

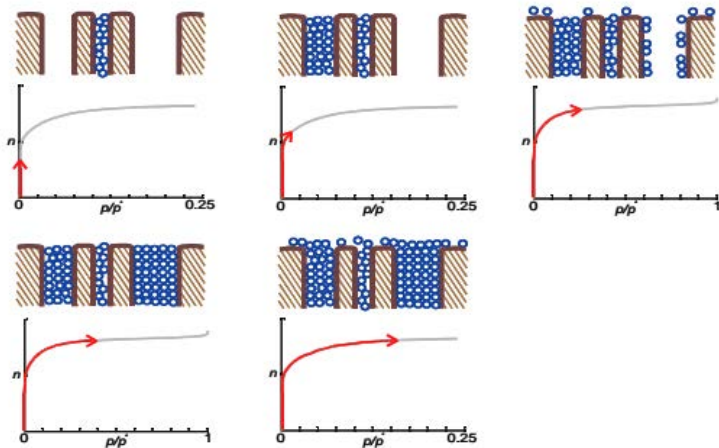


Grafik 2.13 Mekanisme adsorpsi pada permukaan material non pori

#### - Material mikropori

Material mikropori memiliki mekanisme adsorpsi yang kompleks. Pada material ini, memungkinkan terjadinya overlap dari kedua sisi dinding pori, sehingga dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi material tersebut dan dapat meningkatkan energi adsorpsi. Oleh karena itu, adsorpsi dapat terjadi pada tekanan yang sangat rendah. Gas atau adsorbat akan mengisi material mikropori terlebih dahulu dengan ukuran yang lebih kecil, lalu adsorpsi pada permukaan mikropori yang lebih besar akan terjadi pada waktu yang bersamaan. Berdasarkan Grafik 2.14, pada saat

$P/P_o = 0$ , gas yang teradsorp sangat banyak sehingga kurva akan naik dengan tajam. Ordinat grafik menunjukkan jumlah atau volume gas yang teradsorp lebih besar dibandingkan dengan material mesopori.



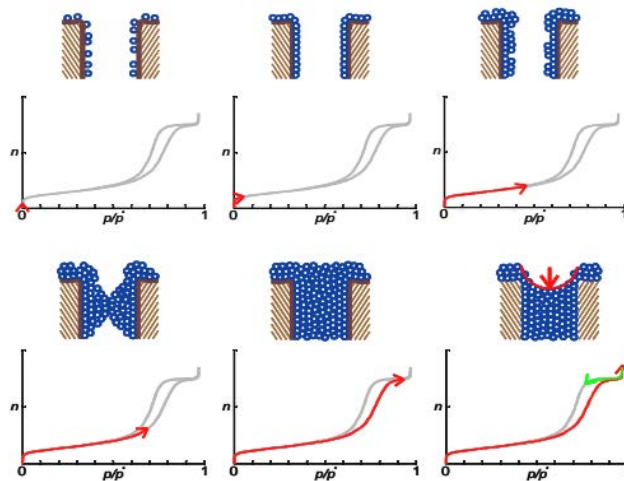
Grafik 2.14 Mekanisme adsorpsi pada permukaan material mikropori

#### - Material mesopori

Berdasarkan Grafik 2.15, pada  $P/P_o = 0$  gas yang teradsorp sangat sedikit dan daerah monolayer belum terbentuk dengan penuh. Apabila tekanan ditingkatkan hingga  $P/P_o < 0,1$ , akan terjadi adsorpsi gas yang memenuhi monolayer. Jika tekanan dinaikkan lagi hingga  $P/P_o = 0,5$ , adsorpsi pada daerah multilayer akan terjadi, tetapi jumlah yang teradsorp tidak terlalu banyak, sehingga kenaikan grafiknya tidak terlalu tajam. Interaksi antar molekul gas pada dinding pori yang saling berhadapan mulai terjadi ketika tekanan mencapai  $P/P_o = 0,7$ . Kemudian, molekul-molekul gas akan memenuhi mesopori jika tekanan dinaikkan hingga  $P/P_o = 1$ . Kurva isothermal

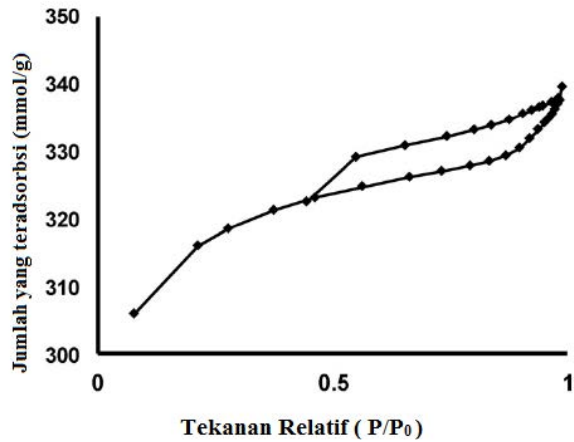
akan naik tajam karena jumlah gas yang teradsorp sangat besar.

Pada saat tekanan diturunkan untuk desorpsi gas, kurva isothermal menunjukkan terjadinya loop histerisis dimana jumlah gas yang terdesorpsi tidak sama dengan jumlah gas yang teradsorpsi. Jumlah gas yang tertinggal di permukaan material ketika desorpsi lebih banyak daripada saat terjadi adsorpsi. Dengan kata lain, jumlah gas yang terdesorb lebih kecil dibandingkan dengan jumlah gas yang teradsorp.



Grafik 2.15 Mekanisme adsorpsi pada permukaan material mesopori

Hasil analisis adsorpsi-desorpsi Nitrogen pada material HKUST-1 ditunjukkan pada gambar 2.13. Hasil analisis struktur HKUST-1 yang dilakukan oleh Macias dan kawan-kawan menunjukkan bahwa HKUST-1 merupakan material mikropori dan luas permukaan BET sebesar 995 m<sup>2</sup>/g.



Gambar 2.16 Grafik adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> tipe 1 HKUST-1  
(Macias dkk, 2012).

***“Halaman ini sengaja Dikosongkan”***

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Adapun alat yang digunakan pada percobaan ini adalah *beaker glass*, botol duran, *magnetic stirrer*, corong kaca, spatula, pipet ukur, neraca digital, kaca arloji, erlenmeyer, dan kertas saring *whatmann*. Pada proses karakterisasi menggunakan difraktometer Philip X'Pert PN-1830 X-ray, *Fourier Transform Infra Red* SHIMADZU, *Scanning Elektron Microscopy* Zeiss EVO MA 10, *Termogravimetry Analyzer* (TGA-METTLER TOLEDO), dan Quantachrome® ASIQwin™ Gas Sorption Instruments.

##### **3.1.2 Bahan**

Adapun bahan yang dibutuhkan pada percobaan ini adalah Asam 1,3,5-benzena trikarboksilat, ( $\text{H}_3\text{BTC}$ ) (98% Merck), Tembaga (II) Nitrat [ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ] (99% Merck), aquades, etanol (99,9% Merck), Metanol (99,9% Merck), N,N-dimetilformamida [DMG] (99,9% Merck), dan polietilen glikol (PEG 400).

#### **3.2 Prosedur Sintesis HKUST-1**

Metode yang dilakukan merupakan modifikasi dari metode yang telah dilaporkan oleh Chowdurry dkk (2009) dan Xue dkk (2014). Metode ini dilakukan dengan menambahkan polietilen glikol (PEG 400) sebagai tambahan pelarut. Metode ini dilakukan dengan melarutkan 1,0 gram  $\text{H}_3\text{BTC}$  dalam 30 ml campuran etanol:DMF (1:1). Lalu dilarutkan 2,077 gram  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  dalam 15ml aquades. Kemudian kedua larutan tersebut dicampurkan dalam botol duran dan ditambahkan PEG 400 dengan variasi volume sesuai yang tertera pada tabel 3.1. Campuran diaduk selama 15 menit dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah diaduk, lalu dipanaskan dalam oven

pada suhu 100 °C selama 10 jam. Kemudian didiamkan pada suhu kamar selama dua hari. Kristal yang terbentuk disaring dan dipindahkan ke dalam botol vial. Kristal dicuci dengan methanol dalam penangas minyak dengan suhu 40 – 55 °C hingga filtrat berubah dari biru menjadi bening kembali. Kristal yang telah kering, ditimbang dan disimpan untuk dilakukan karakterisasi.

Tabel 3.1 Variasi volume PEG

Sampel	Murni	P3	P6	P9
Volume PEG (ml)	0	3	6	9

### 3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis

#### 3.3.1 Difraksi Sinar X (XRD)

Analisis XRD dilakukan untuk menentukan struktur dari kristal HKUST-1. Pengukuran XRD dilakukan Philip X'Pert PN-1830 X-ray dengan monochromated-grafit menggunakan radiasi CuK $\alpha$  pada panjang gelombang  $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$  dengan sudut pendek  $2\theta$  dari 5° hingga 50°. Hasil karakterisasi yang diperoleh berupa data (kurva) antara intensitas puncak difraksi sampel dan sudut  $2\theta$ . Data yang diperoleh kemudian dicocokkan dengan data referensi Cu-BTC.

#### 3.3.2 *Spectrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Karakterisasi FTIR dilakukan dengan menggunakan FTIR Shimadzu dengan bilangan gelombang 400 – 4000 cm<sup>-1</sup>. Mula-mula serbuk sampel Cu-BTC disiapkan melalui penggerusan dengan KBr pada perbandingan 1:99 (sampel:KBr). Penggerusan dilakukan dengan mortar agat hingga homogen. Kemudian ditempatkan pada *pellet holder* untuk membuat pellet dengan ketebalan 2 mm. Pellet yang telah terbentuk, dimasukkan ke dalam *holder* FTIR untuk dianalisis.



### 3.3.3 Analisis Termogravimetri (TGA)

Analisis Termogravimetri dilakukan dalam aliran gas N<sub>2</sub> (150 ml/menit). Analisis dilakukan pada suhu 25 °C hingga mencapai suhu 800 °C dengan laju pertambahan suhu 5 °C/menit. Kemudian, hasil yang diperoleh akan ditampilkan dalam bentuk kurva penurunan % berat padatan sampel (mg) terhadap kenaikan suhu (°C).

### 3.3.4 *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan EDX

Struktur dan morfologi dari senyawa HKUST-1 dapat diketahui dengan melakukan analisis SEM. Mula-mula dilakukan preparasi sampel dengan cara meletakkan sampel dalam *holder* dan dilakukan *coating* dengan emas agar sampel dapat dengan mudah terdeteksi ketika analisis SEM dilakukan. Analisis SEM dilakukan dengan beberapa perbesaran agar diperoleh informasi mengenai bentuk dan perubahan struktur dari HKUST-1 yang telah disintesis.

### 3.3.5 Adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub>

Analisis Adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> dilakukan dengan tekanan rendah pada suhu 77 K dan suhu *degassing* pada suhu 150 °C. mula-mula disiapkan sampel kira-kira 0,2 gram dan dimasukkan ke dalam sel sampel yang bersih. Kemudian sel sampel disusun dalam tempat *degassing*. *Heating mantle* dinyalakan hingga suhu 300 °C dan diatur kecepatan gelembung gas N<sub>2</sub> yang keluar. Sampel yang telah *didegassing* dimasukkan ke dalam *holder station*. Kemudian nitrogen cair dituangkan ke dalam dewar untuk dianalisis.

***“Halaman ini sengaja Dikosongkan”***

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

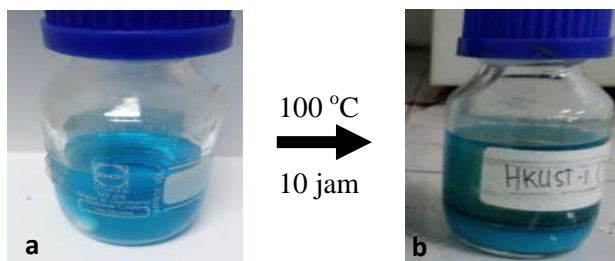
Pada penelitian ini, sintesis senyawa organologam Cu-BTC atau HKUST-1 telah dilakukan dengan mereaksikan larutan  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  dalam aquades dan asam 1,3,5-benzena trikarboksilat dalam campuran pelarut N,N-dimetilformamida (DMF) serta etanol. Proses sintesis dilakukan dengan metode solvothermal pada suhu  $100\text{ }^\circ\text{C}$  selama 10 jam. Selain itu, Cu-BTC juga berhasil disintesis dengan reaktan dan pelarut yang sama serta penambahan polietilen glikol (PEG) dengan variasi jumlah penambahan sebesar 3, 6 dan 9 ml.

Padatan hasil sintesis akan dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope-Energi Dispersive* (SEM-EDX), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), adsorpsi-desorpsi Nitrogen, dan *Termogravimetry Analysis* (TGA).

#### **4.1 Sintesis HKUST-1**

Sintesis HKUST-1 pada penelitian ini dilakukan sesuai metode yang dilakukan oleh Chowdury dan kawan-kawan pada tahun 2009 dengan dimodifikasi pada penambahan PEG 400 berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Xue, dkk pada tahun 2014. Percobaan diawali dengan menyiapkan larutan tembaga (II) nitrat trihidrat dalam aquades hingga menjadi larutan berwarna biru. Di dalam wadah lain, disiapkan larutan  $\text{H}_3\text{BTC}$  dalam campuran pelarut etanol dan DMF hingga terbentuk larutan jernih. Fungsi pelarut air dan campuran etanol:DMF adalah sebagai pelarut pendispersi ligan benzena trikarboksilat. Kedua larutan tersebut dicampurkan dalam botol Duran dan ditambahkan dengan PEG 400. Komposisi reaktan, pelarut dan PEG ditunjukkan pada Tabel 3.1. Menurut Xue, dkk, penambahan PEG 400 bertujuan untuk memperbesar ukuran pori dari HKUST-1. Campuran kemudian diaduk selama 15 menit dengan *magnetic stirrer* sampai homogeny, seperti pada Gambar 4.1 (a) dan

dipanaskan dalam oven suhu 100 °C selama 10 jam. Setelah proses solvothermal berlangsung, terbentuk padatan berwarna biru dan filtrat berwarna hijau seperti pada Gambar 4.1 (b). Campuran reaksi kemudian dibiarkan selama dua hari pada suhu ruang, agar didapatkan padatan yang stabil. Setelah proses pendiaman, padatan yang dihasilkan berwarna biru muda dan filtrat yang diperoleh berwarna hijau. Hal ini terjadi karena DMF digunakan untuk proses deprotonasi dan menghilangkan asam benzenatrikarboksilat yang tersumbat dalam MOF sehingga menyebabkan filtrat berubah menjadi warna hijau.



Gambar 4.1 (a) Sampel setelah diaduk, dan (b) Setelah perlakuan solvothermal

Endapan yang terbentuk dicuci dengan perendaman dalam DMF selama 24 jam agar sisa-sisa ligan benzena trikarboksilat yang terdapat dalam endapan dapat terlarut. Endapan yang telah dipisahkan kemudian dipindahkan ke dalam botol vial dan dicuci dengan perendaman dalam metanol pada suhu 40-55 °C menggunakan penangas minyak. Pencucian dilakukan hingga filtrat yang terbentuk menjadi jernih seperti warna metanol. Dalam pencucian ini, digunakan metanol karena metanol termasuk golongan pelarut polar protik sehingga dapat mendonorkan proton secara alami. Fungsi dari metanol adalah untuk menghilangkan sisa-sisa DMF dan membersihkan pengotor yang terdapat dalam padatan HKUST-1 tanpa mempengaruhi strukturnya.

Padatan yang telah dicuci kemudian dikeringkan dan ditimbang. Semua padatan yang diperoleh berwarna biru muda seperti pada Gambar 4.2 (a), (b) dan (c), dan tampak lebih halus dibandingkan dengan padatan hasil sintesis tanpa penambahan PEG.



Gambar 4.2 Padatan hasil sintesis dengan penambahan PEG 400 (a) 3ml, (b) 6 ml dan (c) 9 ml

Massa padatan hasil sintesis tanpa dan dengan penambahan PEG dapat dilihat pada Tabel 4.1:

Tabel 4.1 Massa padatan yang diperoleh berdasarkan hasil sintesis

Sampel	Massa Cu-nitrat (gram)	Massa H3BTC (gram)	Volume PEG 400 (ml)	Volume total pelarut (ml)	Massa Cu-BTC setelah pencucian (gram)
HKUST-1 Murni	2,0772	1,0002	-	45	2,2023
HKUST-1 (P3)	2,0788	1,0025	3	48	2,5296
HKUST-1 (P6)	2,0793	1,0017	6	51	2,5753
HKUST-1 (P9)	2,0796	1,0014	9	54	2,5440

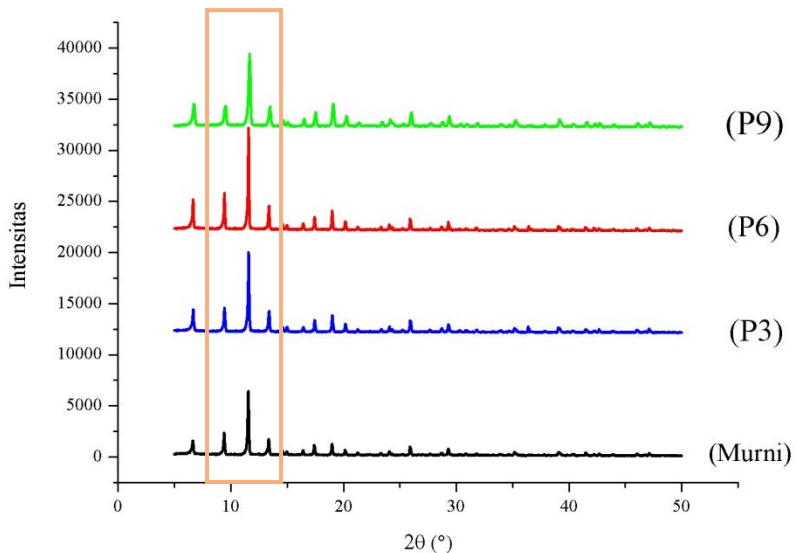
Berdasarkan Tabel 4.1, dapat dilihat bahwa penambahan PEG ke dalam campuran reaksi dapat meningkatkan massa padatan yang dihasilkan. Namun, pada penambahan PEG 9 ml

terjadi penurunan massa yang disebabkan karena sistem dalam keadaan ligan berlebih sehingga padatan semakin sulit terbentuk.

## 4.2 Hasil Karakterisasi

### 4.2.1 Hasil Karakterisasi Difraksi Sinar-X

Karakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) dilakukan untuk menganalisis struktur kristal, kristalinitas dan komposisi dari kristal HKUST-1 (Rakhmatullah dkk, 2007). Hasil karakterisasi dengan XRD dari padatan hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 4.3 :



Gambar 4.3 Pola XRD hasil sintesis Murni, P3, P6, dan P9

Pola XRD padatan hasil sintesis tanpa penambahan PEG pada penelitian ini, muncul puncak yang khas pada  $2\theta = 9,41; 11,54; 13,35^\circ$ . Sedangkan, sampel hasil sintesis dengan penambahan PEG pada percobaan P3, P6 dan P9 menghasilkan puncak khas secara berurutan sebesar ( $2\theta = 9,44; 11,58; 13,38^\circ$ ),

( $2\theta = 9,43; 11,57; 13,38^\circ$ ) dan ( $2\theta = 9,55; 11,67; 13,49^\circ$ ). Hasil difraksi dari penelitian ini, lalu dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh Chowdurry, dkk (2009), Li-yan, dkk (2012) dan Xue, dkk (2014). Berdasarkan penelitian yang dilakukan sebelumnya, terdapat beberapa puncak khas yang muncul dan dapat menandakan bahwa kristal HKUST-1 telah terbentuk. Puncak khas tersebut akan muncul pada  $2\theta = 9,5^\circ; 11,6^\circ$  dan  $13,4^\circ$ . Puncak khas  $2\theta = 11,6^\circ$  memiliki intensitas yang tertinggi. Pada penelitian ini, hasil difraksi dari sampel murni, P3, P6, dan P9 memiliki puncak khas  $2\theta$  yang sama dengan referensi serta intensitas yang dimiliki relatif tajam. Hal ini, menandakan bahwa kristalinitas dan kemurnian dari kristal HKUST-1 juga relatif tinggi. Terjadi sedikit pergeseran pada hasil puncak khas  $2\theta$  yang disebabkan karena adanya penambahan PEG sebagai pelarut tetapi hal tersebut tidak mempengaruhi struktur dari HKUST-1.

Tabel 4.2 Intensitas dan kristalinitas XRD hasil sintesis

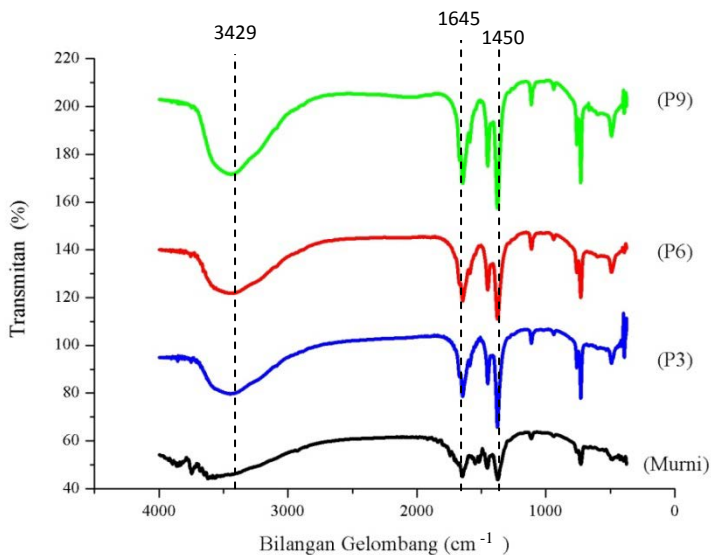
Sampel	Sudut $2\theta$			$\Sigma$ Luas area di bawah kurva
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3	
Murni	9.41	11.54	13.35	757,53
P3	9.44	11.58	13.38	837,49
P6	9.43	11.57	13.38	1008,20
P9	9.55	11.67	13.49	1175,80

Berdasarkan tingkat kristalinitas, yang paling tinggi adalah pada sampel P9 sedangkan tingkat kristalinitas terendah ditunjukkan pada sampel murni tanpa penambahan PEG 400. Secara umum, hasil karakterisasi XRD ini menunjukkan bahwa penambahan additif pada pelarut dapat mempengaruhi tingkat kristalinitas dan intensitas yang dimiliki oleh kristal hasil sintesis. Selain itu, hasil perhitungan scherer pada sampel murni sebesar 1,4916. Sedangkan, hasil perhitungan scherer pada sampel P3, P6 dan P9 secara berurutan sebesar 1,5671, 0,1778 dan 1,0089. Dari hasil perhitungan scherer menunjukkan bahwa dengan

penambahan PEG dapat mempengaruhi ukuran partikel yang terbentuk sehingga menyebabkan ukuran partikel menjadi kecil.

#### 4.2.2 Hasil Analisis FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk analisis kualitatif (identifikasi) dari senyawa organik karena setiap zat organik menghasilkan spektrum unik dengan puncak struktural yang sesuai dengan fitur yang berbeda (Harjono dkk, 1992). Hasil analisis FTIR dari padatan HKUST-1 ditampikan pada Gambar 4.4:



Gambar 4.4 Spektra FTIR hasil sintesis Murni, P3, P6 dan P9

Berdasarkan hasil analisis FTIR padatan hasil sintesis murni, muncul serapan pada panjang gelombang  $1452\text{ cm}^{-1}$ ,  $1649\text{ cm}^{-1}$  dan  $3620\text{ cm}^{-1}$ . Pada percobaan P3 muncul serapan pada panjang gelombang  $1450\text{ cm}^{-1}$ ,  $1645\text{ cm}^{-1}$  dan  $3443\text{ cm}^{-1}$ . Terjadi pergeseran serapan pada percobaan P6, serapan muncul pada panjang gelombang  $1419\text{ cm}^{-1}$ ,  $1647\text{ cm}^{-1}$  dan  $1645\text{ cm}^{-1}$ . Pada percobaan P9, serapan muncul pada panjang gelombang  $1450\text{ cm}^{-1}$



<sup>1</sup>, 1645 cm<sup>-1</sup> dan 3429 cm<sup>-1</sup>. Spektra FTIR hasil sintesis kemudian dibandingkan dengan spektra FTIR HKUST-1.

Tabel 4.3 Bilangan gelombang referensi dan hasil sintesis

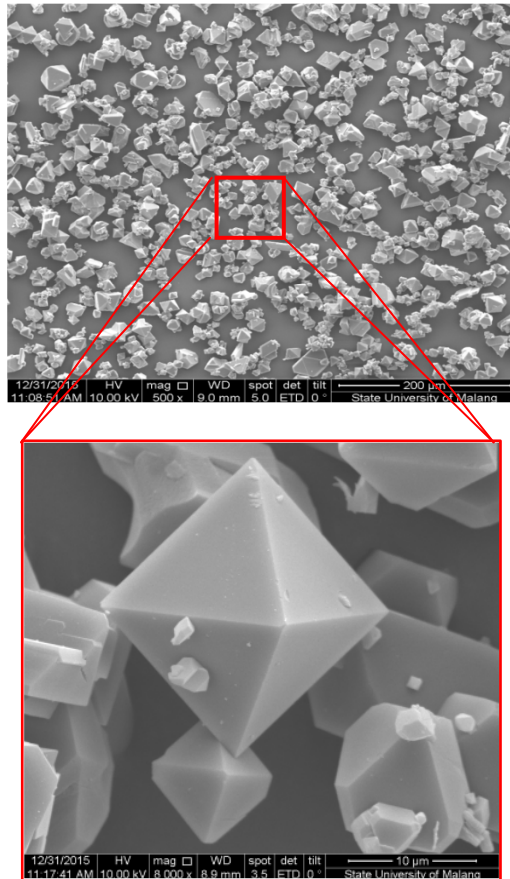
1/λ (cm <sup>-1</sup> )				
Referensi	Murni	P3	P6	P9
1374 – 1450	1452	1450	1419	1450
1599 – 1646	1649	1645	1647	1645
3300 - 3500	3620	3443	3439	3429

Pada spektra FTIR padatan hasil sintesis, muncul serapan pada bilangan gelombang 1375-1450 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan terdapat ikatan C=C aromatik. Muncul serapan pada bilangan gelombang 1599-1650 cm<sup>-1</sup> yang menandakan adanya gugus C=O karbonil. Serapan pada bilangan gelombang 3000-3500 cm<sup>-1</sup> menandakan adanya gugus OH yang berasal dari H<sub>2</sub>O yang terikat secara fisis (Khumar, dkk, 2013). Hal ini diperkuat dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 1300 cm<sup>-1</sup> yang menandakan adanya ikatan C-O tunggal pada asam karboksilat. Berdasarkan hasil analisis FTIR, dapat diketahui bahwa kristal HKUST-1 telah terbentuk karena serapan khas yang muncul pada keempat kristal sesuai dengan referensi.

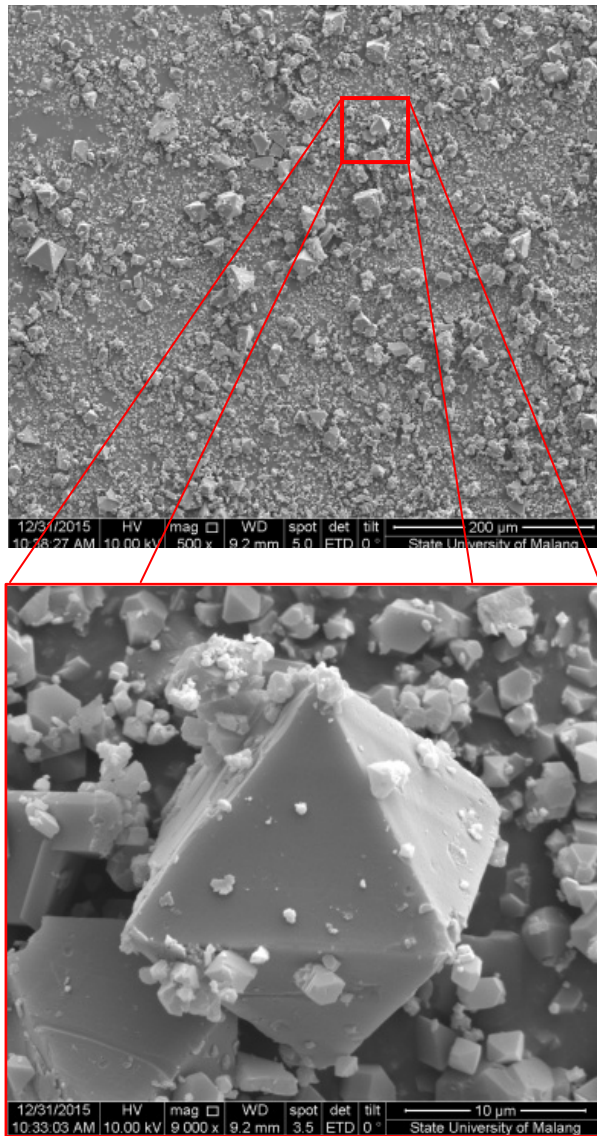
Terjadinya pergeseran pada setiap serapan disebabkan karena pengaruh dari penggunaan pelarut DMF sehingga menyebabkan terjadinya deprotonasi pada asam benzena trikarboksilat dan dapat menghilangkan ligan benzena trikarboksilat yang tersumbat dalam jaringan kompleks (Khan dan Jhung, 2009). Namun, hasil FTIR menunjukkan penambahan PEG 400 tidak berpengaruh terhadap gugus fungsi pada struktur HKUST-1.

#### 4.2.3 Hasil Pengamatan SEM-EDX

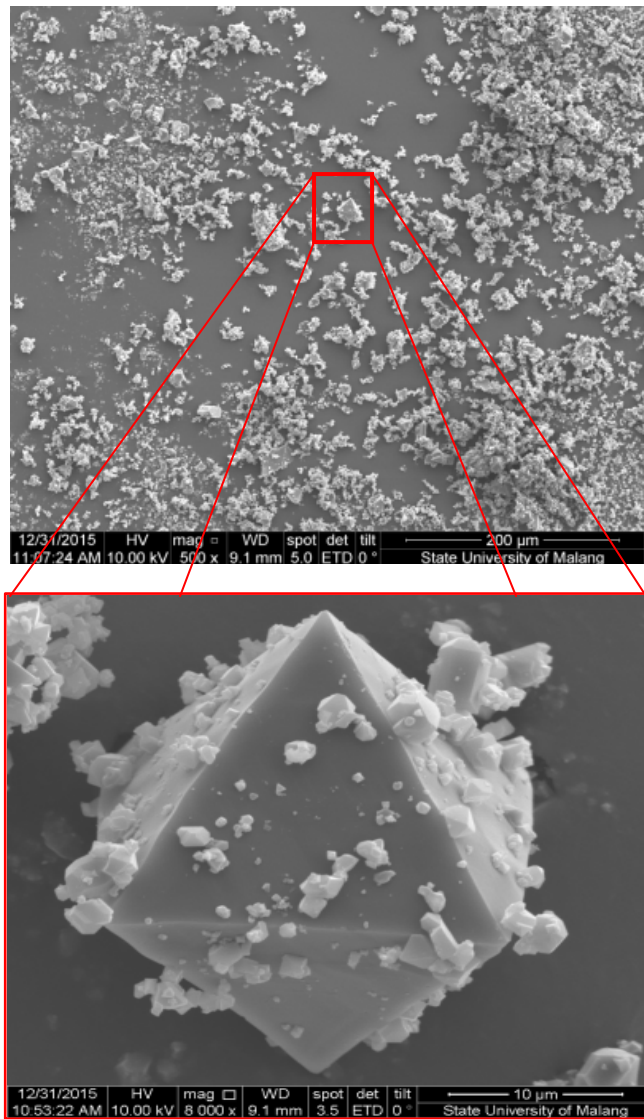
Analisis SEM digunakan untuk mempelajari dan mengamati tekstur atau sifat permukaan material, morfologi, bentuk, ukuran dan susunan partikel penyusun material yang berada pada permukaan cuplikan (Gedde, 1995). Hasil analisis morfologi dari padatan hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.5 ; 4.6 ; 4.7 :



Gambar 4.5 Morfologi kristal hasil sintesis murni tanpa penambahan PEG 400

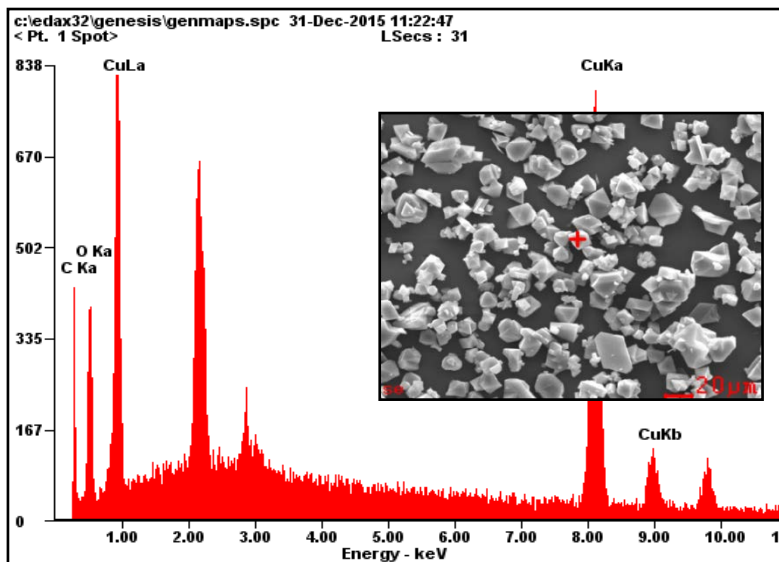


Gambar 4.6 Morfologi kristal hasil sintesis dengan penambahan 6 ml PEG 400 (P6)

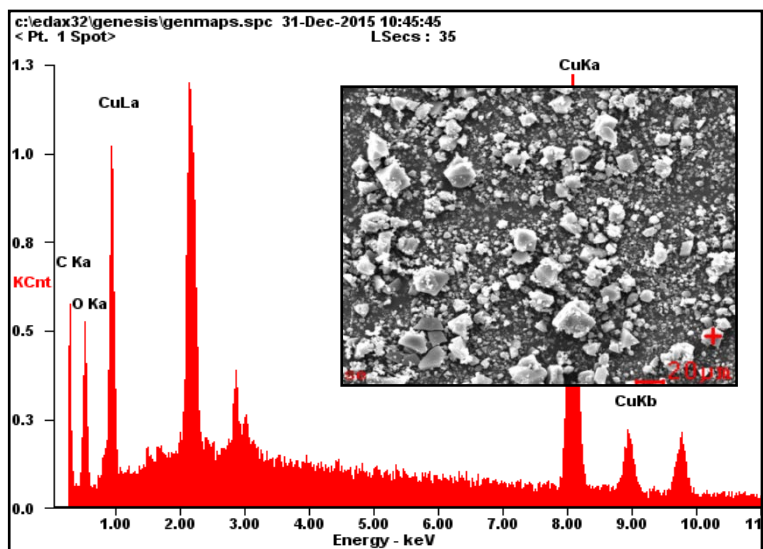


Gambar 4.7 Morfologi kristal hasil sintesis dengan penambahan 9 ml PEG 400 (P9)

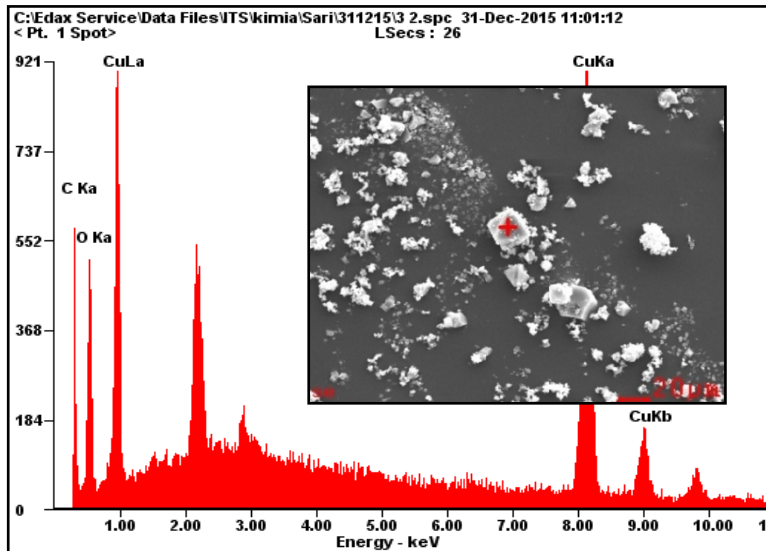
Berdasarkan hasil tersebut, semakin banyak jumlah PEG yang ditambahkan, kristal yang diamati menjadi semakin tidak teratur dan bentuknya tidak sempurna. Pada sampel HKUST-1 murni, dapat dilihat bahwa kristal yang terbentuk sempurna dan berbentuk octahedral dengan ukuran kristal yang lebih kecil dibandingkan dengan sampel P6 dan P9. Pada sampel P6 dan P9 ukuran kristal yang dihasilkan menjadi lebih besar dan terdapat banyak kristal yang terbentuk tidak beraturan. Hal ini menandakan jika penambahan PEG dapat menyebabkan perubahan ukuran kristal. Penambahan PEG yang dimasukkan ke dalam pori-pori struktur bertindak sebagai penyangga dan penstabil mesopori (Xue dkk, 2014). Namun, penambahan PEG yang berlebih dapat menyebabkan terjadinya kompetisi sehingga dapat mempengaruhi proses nukleasi kristal.



Gambar 4.8 Hasil SEM-EDX sampel Murni



Gambar 4.9 Hasil SEM-EDX sampel P6



Gambar 4.10 Hasil SEM-EDX sampel P9

Tabel 4.4 Hasil analisis EDX kristal HKUST-1

No	Unsur	Komposisi berat (%)		
		HKUST-1 murni	HKUST-1 (P6)	HKUST-1 (P9)
1	C	24,77	23,36	27,37
2	O	11,66	9,20	11,53
3	Cu	63,57	67,44	61,10

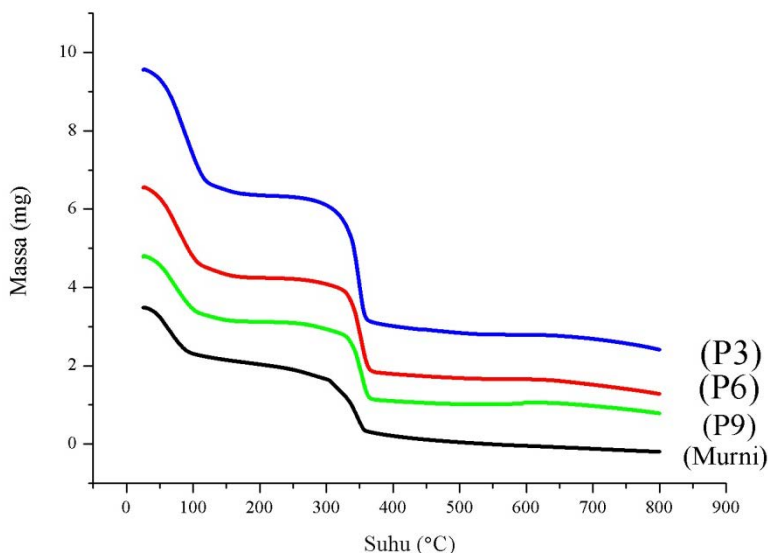
Analisis EDX digunakan untuk memperkirakan komposisi dari suatu material. Berdasarkan Tabel 4.4, menunjukkan bahwa komposisi unsur karbon (C), oksigen (O) dan tembaga (Cu) pada beberapa titik kristal HKUST-1 dari ketiga sampel tersebut, diperoleh hasil yang relatif sama untuk masing-masing komposisi unsur penyusun kristal HKUST-1.

#### 4.2.4 Hasil Analisis Termogravimetri (TGA)

Analisis Termogravimetri (TGA) dilakukan dengan tujuan untuk mengukur perubahan berat dari suatu senyawa sebagai fungsi dari suhu ataupun waktu (Brown, 2004). Analisis ini dilakukan pada pemanasan suhu 25 – 800 °C dengan aliran kecepatan kenaikan suhu sebesar 5 °C/menit. Hasil yang diperoleh berupa kurva penurunan % berat padatan sampel terhadap penurunan suhu. Hasil analisis TGA ditampilkan pada Gambar 4.11.

Berdasarkan Gambar 4.11, terdapat tiga tahapan penurunan yang terjadi pada massa padatan HKUST-1. Tahapan pertama yang terjadi pada suhu 25 – 120 °C, merupakan penguapan pelarut. Penurunan massa pada sampel P3 sebesar 30,7%, P6 sebesar 30,6%, P9 sebesar 29,6% dan HKUST-1 murni sebesar 39%. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan PEG berpengaruh pada proses penurunan massa, semakin banyak volume PEG yang digunakan menyebabkan penurunan massa yang terjadi semakin kecil. Pada tahapan kedua, terjadi hilangnya molekul air pada suhu 120 – 293 °C.

Pada tahapan ketiga terjadi pada suhu berkisar 370 °C, dalam tahapan ini terjadi rusaknya struktur HKUST-1 dan terjadi dekomposisi ligan pada gugus karboksilat sehingga menghasilkan senyawa CuO yang dapat terbentuk pada suhu 377 °C (Chowdurry dkk, 2009). Apabila senyawa CuO telah terbentuk, maka stabilitas termal ditentukan berdasarkan kemampuan masing-masing sampel dalam mempertahankan massa saat proses pemanasan berlangsung. Berdasarkan data yang diperoleh, pada sampel HKUST-1 dengan penambahan PEG memiliki massa padatan yang lebih banyak dibandingkan dengan HKUST-1 tanpa penambahan PEG. Hal ini dapat menandakan jika penambahan PEG dapat memperbesar ukuran pori dan memperkecil ukuran partikel.



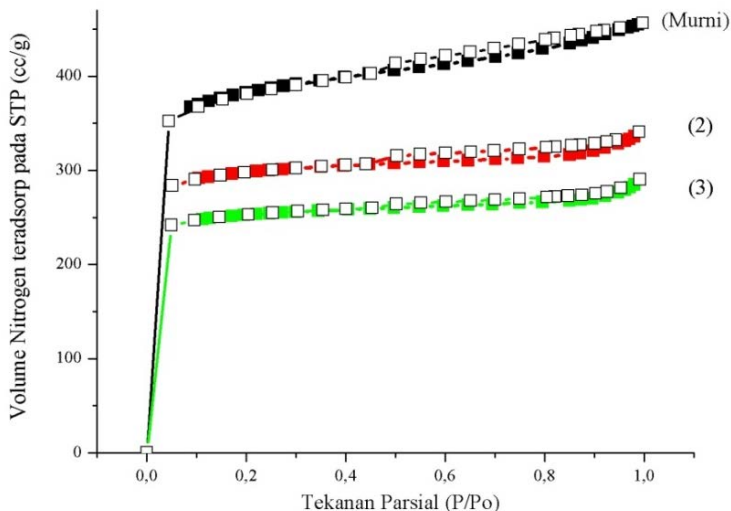
Gambar 4.11 Grafik Termogram hasil sintesis murni, P3, P6 dan P9

#### 4.2.5 Hasil Analisis Isoterm Adsorpsi-desorpsi Nitrogen

Adsorpsi-desorpsi nitrogen merupakan adsorpsi fisik yang digunakan untuk menentukan total luas permukaan dan struktur



pori suatu padatan (Haber dkk, 1995). Hasil analisis kurva isothermal HKUST-1 ditunjukkan pada Gambar 4.12 :



Gambar 4.12 Kurva Isothermal Adsorpsi-desorpsi nitrogen pada material hasil sintesis murni, P6 dan P9

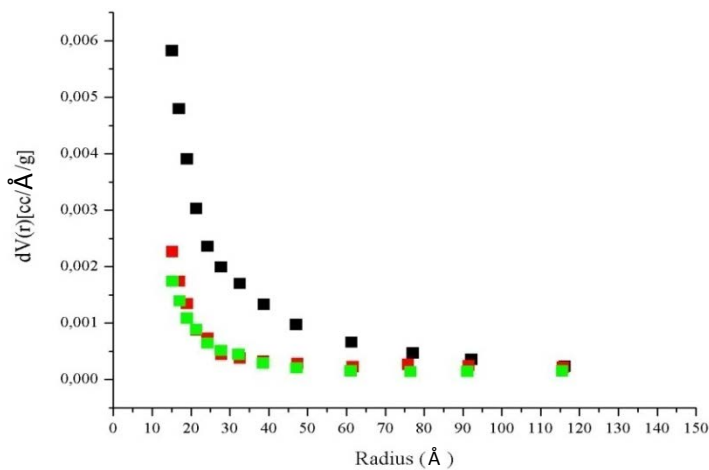
Berdasarkan IUPAC, tipe kurva isotherm dari material HKUST-1 pada Gambar 4.12 adalah tipe I dan IV. Material mikropori ditandai dengan adanya aktivitas adsorpsi pada lapisan monolayer saat  $P/P_o < 0,2$ . Kemudian, tekanan dinaikkan hingga  $P/P_o = 0,8$ , jumlah nitrogen yang teradsorpsi tidak mengalami perubahan. Pada saat tekanan dinaikkan hingga  $P/P_o = 0,9 - 1,0$  terjadi peningkatan yang tajam pada kurva isothermal yang menunjukkan aktivitas penyerapan pada dinding pori-pori HKUST-1. Ketika tekanan diturunkan hingga  $P/P_o = 0$  dan dimulainya proses desorpsi, jumlah nitrogen yang terdesorpsi tidak sama dengan jumlah gas nitrogen yang teradsorpsi sehingga muncul loop histeresis. Hal ini menunjukkan adanya material

mesopori yang terdapat pada HKUST-1. Hasil luas permukaan dan volume pori dari HKUST-1 ditampilkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Hasil luas permukaan dan volume pori dari material HKUST-1

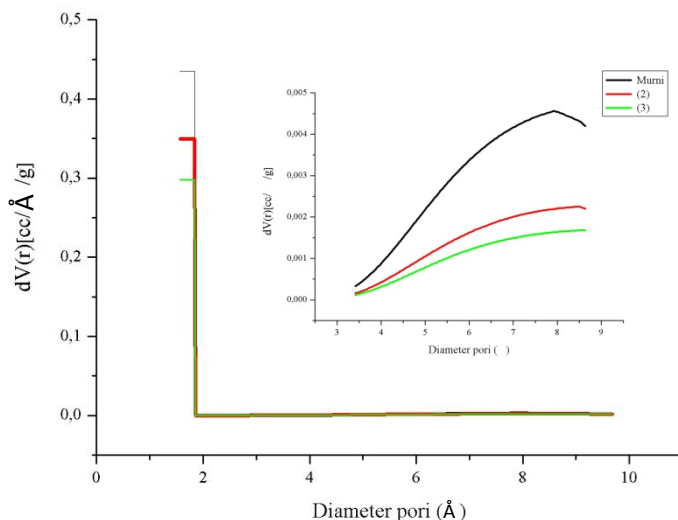
Sampel	Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Volume Pori (cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )
Murni	1149,225	0,130
P6	871,399	0,070
P9	733,197	0,062

Berdasarkan hasil tersebut, luas permukaan dan volume pori HKUST-1 dengan penambahan PEG lebih kecil dibandingkan dengan HKUST-1 murni, hal ini disebabkan karena PEG memiliki rantai pendek yang hidrofilik dan dapat membentuk lebih banyak ikatan hidrogen dengan linker organik H<sub>3</sub>BTC sehingga akan memberikan penekanan yang lebih efisien untuk memperluas kerangka yang baik serta dapat memproduksi kristal dengan ukuran yang lebih kecil (Xue dkk, 2014).



Gambar 4.13 Kurva BJH dari material hasil sintesis murni (■), P6 (■) dan P9 (■)

Karakteristik ukuran pori dari material HKUST-1 juga dapat dilihat melalui grafik distribusi ukuran pori dengan menggunakan metode Barret, Joiner, Halenda (metode BJH) seperti pada Gambar 4.13. Dari gambar tersebut, material HKUST-1 murni dan penambahan PEG memiliki distribusi pori yang hampir sama yaitu berada pada daerah mikropori. Hal ini diperkuat dengan adanya grafik permodelan HK seperti pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Kurva HK dari material hasil sintesis murni (■), P6 (■) dan P9 (■)

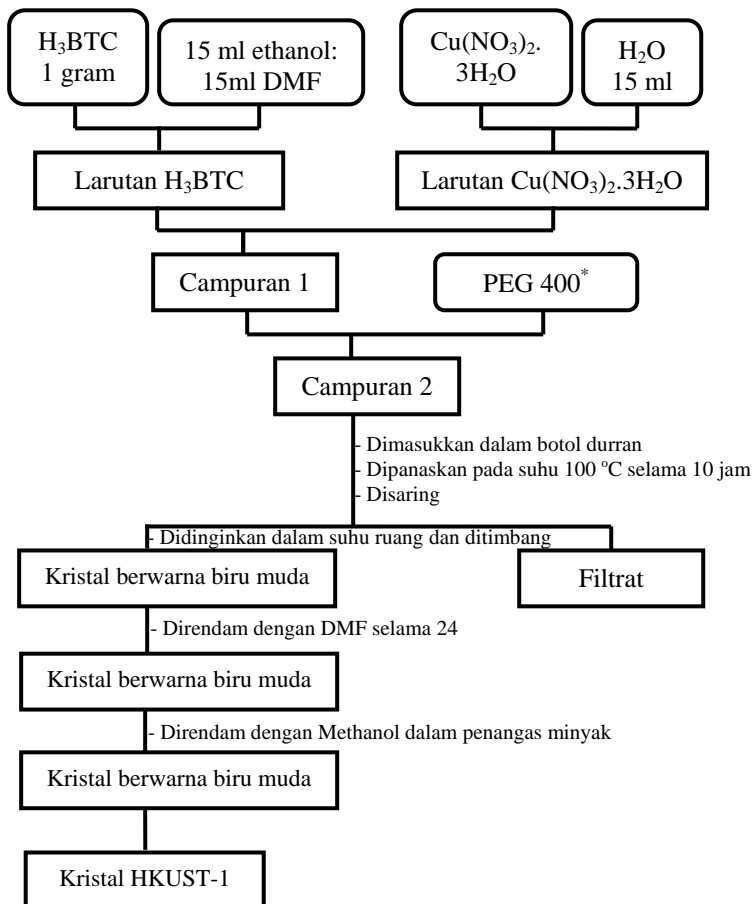
Pada Gambar 4.14, material HKUST-1 murni yang telah disintesis merupakan material mikropori karena memiliki ukuran pori sebesar 7,896 Å. Begitu pula HKUST-1 dengan penambahan PEG 400, ukuran pori yang dihasilkan lebih besar dibandingkan HKUST-1 murni. Pada percobaan P6 dan P9 berukuran sebesar 8,393 Å serta 8,305 Å.

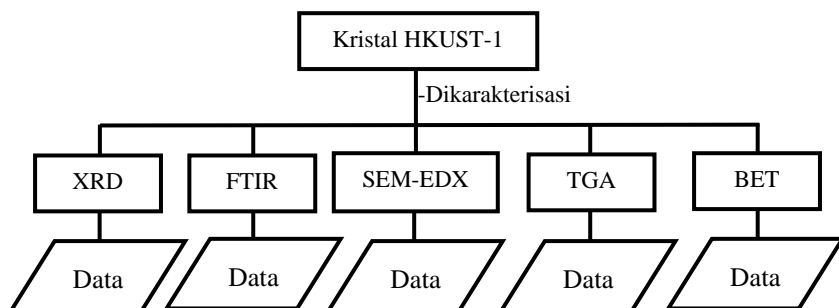
***“Halaman ini sengaja Dikosongkan”***

## LAMPIRAN

### LAMPIRAN I SKEMA KERJA

#### Sintesis HKUST-1





Ket :

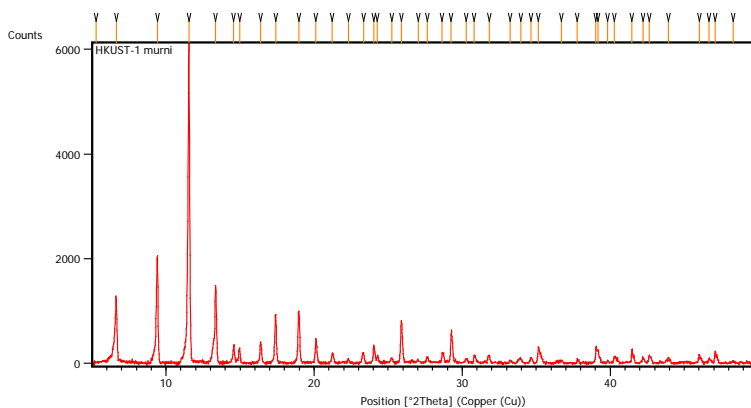
(\*) = variasi penambahan PEG 400 :

- 3 ml (P3)
- 6 ml (P6)
- 9 ml (P9)

## LAMPIRAN II HASIL KARAKTERISASI HKUST-1

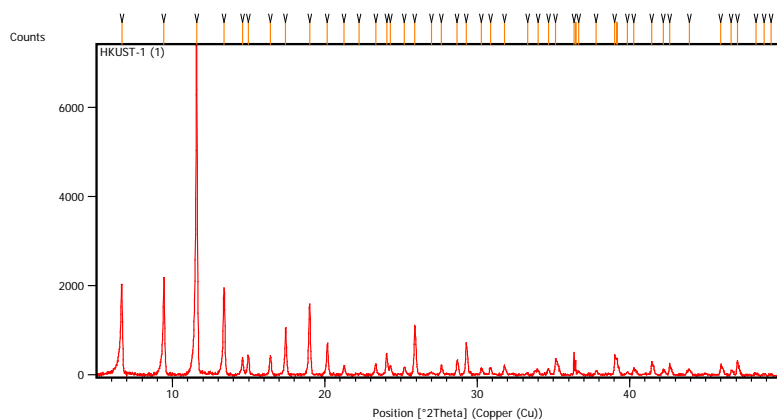
### A. Difraksi Sinar-X (XRD)

#### Difraktogram HKUST-1 Murni



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.2947	199.82	0.4015	16.69112	3.18
6.6338	1414.05	0.0836	13.32455	22.51
9.4106	2188.50	0.1004	9.39818	34.84
11.5419	6282.18	0.1004	7.66708	100.00
13.3535	1596.54	0.0836	6.63073	25.41
14.5723	448.97	0.0836	6.07877	7.15
14.9648	389.79	0.1004	5.92019	6.20
16.3916	506.22	0.1004	5.40794	8.06
17.3975	1020.80	0.0836	5.09745	16.25
18.9653	1070.43	0.0836	4.67946	17.04
20.1228	544.00	0.1004	4.41284	8.66
21.2221	241.88	0.1338	4.18666	3.85
22.3102	142.52	0.1004	3.98489	2.27
23.3339	259.58	0.1171	3.81232	4.13
24.0388	408.60	0.1004	3.70211	6.50
24.2770	192.37	0.0669	3.66632	3.06
25.2521	146.90	0.1338	3.52691	2.34
25.8847	864.42	0.1338	3.44214	13.76
27.0205	106.62	0.2007	3.29998	1.70
27.6516	153.54	0.1338	3.22607	2.44
28.6537	245.03	0.0502	3.11549	3.90
29.2587	626.69	0.0836	3.05243	9.98
30.2816	132.04	0.1338	2.95161	2.10
30.8128	191.15	0.0669	2.90193	3.04
31.8368	179.29	0.1673	2.81089	2.85
33.2459	82.09	0.1338	2.69490	1.31
33.9652	113.79	0.1506	2.63946	1.81

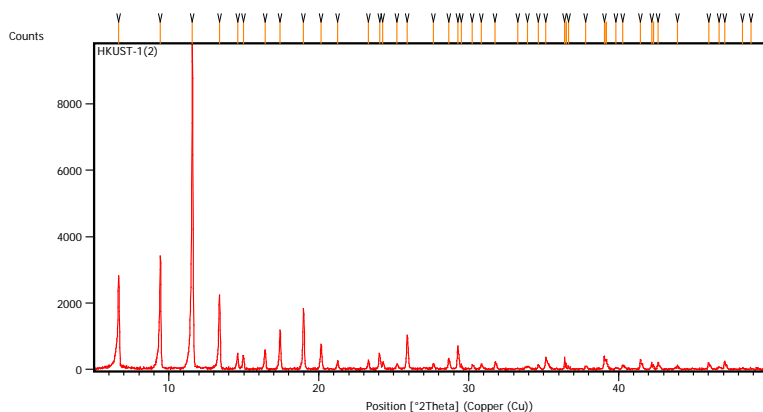
## Difraktogram HKUST-1 (P3)



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.6692	2068.63	0.0836	13.25384	27.55
9.4406	2215.81	0.0836	9.36840	29.51
11.5843	7509.43	0.0836	7.63908	100.00
13.3855	1949.23	0.1004	6.61493	25.96
14.5936	399.64	0.0669	6.06993	5.32
14.9812	407.10	0.1004	5.91375	5.42
16.4224	399.88	0.1004	5.39788	5.32
17.4303	1070.30	0.0836	5.08796	14.25
18.9997	1586.81	0.1004	4.67107	21.13
20.1579	678.89	0.1004	4.40522	9.04
21.2663	206.23	0.0836	4.17807	2.75
22.2466	22.54	0.2676	3.99613	0.30
23.3510	248.25	0.1171	3.80957	3.31
24.0584	477.67	0.0836	3.69913	6.36
24.2863	212.88	0.1004	3.66493	2.83
25.2106	179.50	0.0669	3.53263	2.39
25.9036	1111.47	0.0836	3.43966	14.80
26.9972	52.72	0.2676	3.30277	0.70
27.6481	190.26	0.0502	3.22648	2.53
28.6885	326.63	0.1004	3.11179	4.35
29.2757	730.70	0.0836	3.05069	9.73
30.2909	135.98	0.1004	2.95073	1.81
30.8763	152.65	0.1338	2.89610	2.03
31.7809	224.44	0.0669	2.81571	2.99
33.3234	40.56	0.1673	2.68881	0.54
33.9918	107.67	0.1338	2.63746	1.43
34.6917	119.24	0.1673	2.58583	1.59

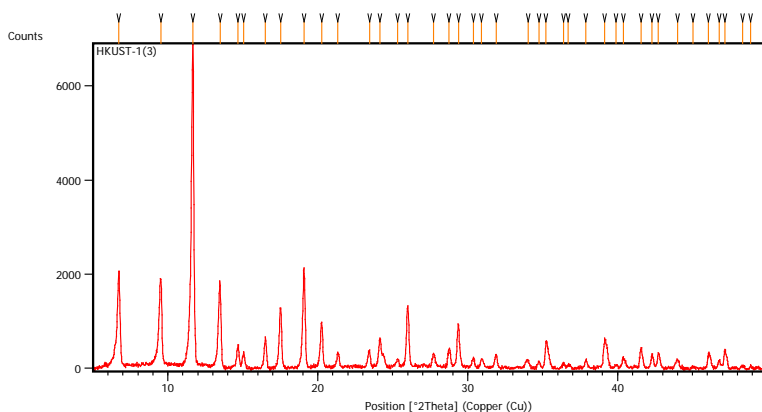


## Difraktogram HKUST-1 (P6)



Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.6566	2819.48	0.0836	13.27901	28.74
9.4376	3367.90	0.0836	9.37129	34.33
11.5720	9810.72	0.1004	7.64716	100.00
13.3786	2234.40	0.0836	6.61831	22.78
14.5903	449.79	0.0836	6.07131	4.58
14.9687	406.61	0.0836	5.91867	4.14
16.4195	576.28	0.0836	5.39881	5.87
17.4253	1162.62	0.0836	5.08941	11.85
18.9861	1812.63	0.1004	4.67438	18.48
20.1505	756.25	0.1004	4.40684	7.71
21.2644	259.30	0.0669	4.17843	2.64
23.3107	260.07	0.0836	3.81607	2.65
24.0588	439.34	0.0836	3.69907	4.48
24.2773	204.61	0.0836	3.66627	2.09
25.2174	147.16	0.0669	3.53168	1.50
25.8919	1064.01	0.0669	3.44120	10.85
27.6454	186.15	0.0836	3.22678	1.90
28.6709	320.24	0.1338	3.11366	3.26
29.2787	704.52	0.1004	3.05039	7.18
29.5166	147.54	0.0502	3.02634	1.50
30.2496	127.61	0.0502	2.95466	1.30
30.8442	158.03	0.0669	2.89905	1.61
31.7757	209.43	0.0502	2.81615	2.13
33.2870	21.96	0.2342	2.69167	0.22
33.9237	70.36	0.2676	2.64259	0.72
34.6488	121.22	0.0669	2.58893	1.24
35.1514	350.29	0.0669	2.55306	3.57

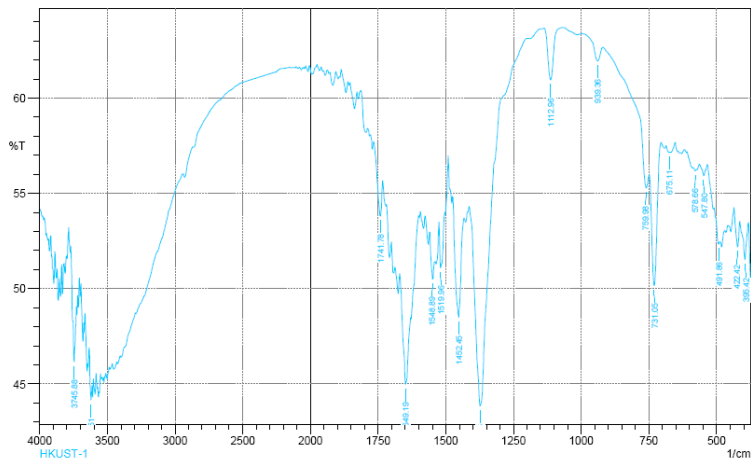
## Difraktogram HKUST-1 (P9)



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.7385	2073.78	0.1840	13.11774	30.23
9.5491	1816.64	0.2007	9.26212	26.48
11.6731	6859.32	0.1840	7.58118	100.00
13.4892	1774.99	0.1673	6.56433	25.88
14.6914	514.54	0.0836	6.02974	7.50
15.0596	350.59	0.1004	5.88314	5.11
16.5148	656.51	0.1673	5.36786	9.57
17.5235	1269.75	0.1338	5.06109	18.51
19.0978	2038.71	0.1506	4.64731	29.72
20.2753	902.91	0.1506	4.37998	13.16
21.3182	312.02	0.0836	4.16801	4.55
23.4475	381.76	0.1506	3.79412	5.57
24.1373	638.13	0.1338	3.68722	9.30
25.3129	196.33	0.1004	3.51858	2.86
25.9952	1311.24	0.1673	3.42775	19.12
27.7073	303.79	0.0836	3.21971	4.43
28.7641	402.40	0.1004	3.10378	5.87
29.3953	882.03	0.1673	3.03856	12.86
30.3854	205.53	0.1338	2.94176	3.00
30.9368	198.16	0.2007	2.89058	2.89
31.9222	274.68	0.1171	2.80357	4.00
34.0417	165.27	0.2676	2.63370	2.41
34.7677	143.19	0.1673	2.58035	2.09
35.2054	491.10	0.1506	2.54927	7.16
36.4005	106.17	0.1673	2.46827	1.55
36.7037	64.05	0.2007	2.44857	0.93
37.9001	194.61	0.1171	2.37398	2.84

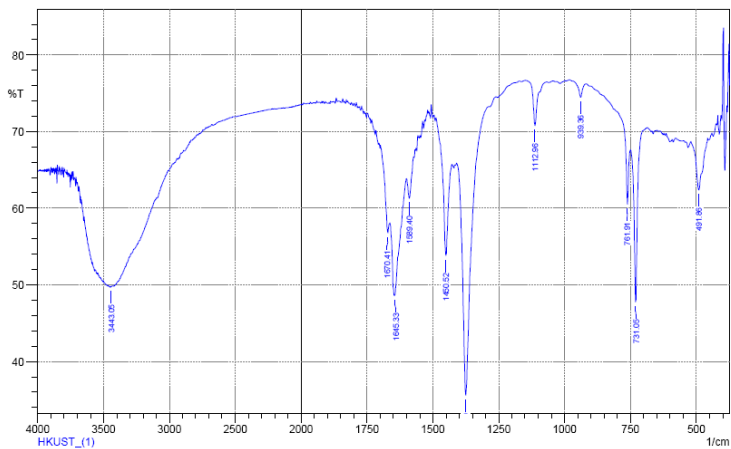
## B. FTIR

### Grafik FTIR HKUST-1 Murni

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	395.42	51.495	2.01	414.71	381.92	9.139	0.234
2	422.42	52.183	1.627	435.93	414.71	5.86	0.156
3	491.86	52.347	0.55	509.22	486.08	6.379	0.06
4	547.8	55.925	0.597	563.23	534.3	7.231	0.062
5	578.66	56.191	0.092	586.38	574.81	2.892	0.004
6	675.11	57.148	0.095	686.68	671.25	3.74	0.012
7	731.05	50.155	6.499	748.41	705.97	11.49	1.078
8	759.98	55.289	1.131	920.08	748.41	37.937	-1.126
9	939.36	61.942	0.89	999.16	920.08	15.982	0.121
10	1112.96	60.945	2.729	1136.11	1070.53	13.282	0.428
11	1373.36	43.838	12.303	1411.94	1296.21	33.503	5.32
12	1452.45	48.485	5.671	1473.66	1435.09	11.348	1.081
13	1519.96	51.084	2.558	1525.74	1504.53	5.998	0.278
14	1548.89	50.493	1.423	1560.46	1543.1	5.021	0.116
15	1649.19	44.968	6.752	1670.41	1600.97	21.622	2.091
16	1741.78	53.804	2.347	1766.85	1734.06	8.384	0.3
17	3620.51	44.13	1.518	3634.01	3612.79	7.373	0.199
18	3745.88	46.153	2.379	3753.6	3728.53	8.14	0.301

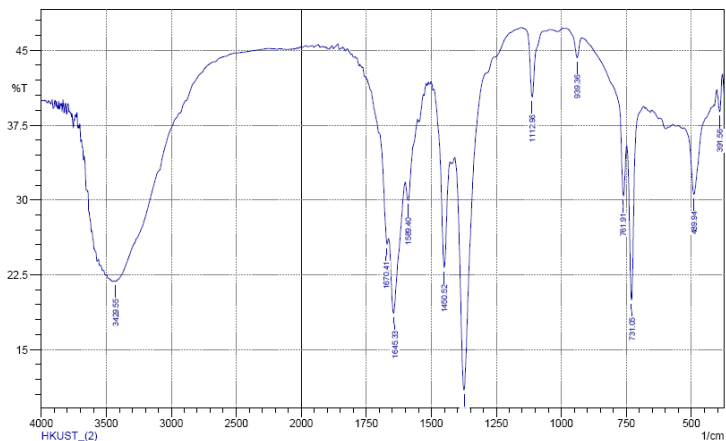
## Grafik FTIR HKUST-1 (P3)

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	491.86	62.404	6.499	520.8	457.14	11.484	1.196
2	731.05	47.732	20.754	750.33	686.68	12.167	1.976
3	761.91	60.467	7.341	879.57	750.33	18.457	-0.452
4	939.36	74.449	1.943	983.73	918.15	7.823	0.187
5	1112.96	70.742	5.854	1149.61	1068.6	10.039	0.653
6	1375.29	35.571	32.258	1408.08	1288.49	27.329	8.442
7	1450.52	53.794	14.219	1489.1	1427.37	12.111	2.049
8	1589.4	61.279	3.805	1600.97	1573.97	5.371	0.368
9	1645.33	48.591	11.126	1662.69	1600.97	15.773	2.522
10	1670.41	56.755	3.479	1699.34	1662.69	7.608	0.246
11	3443.05	49.743	0.052	3444.98	3433.41	3.505	0.003

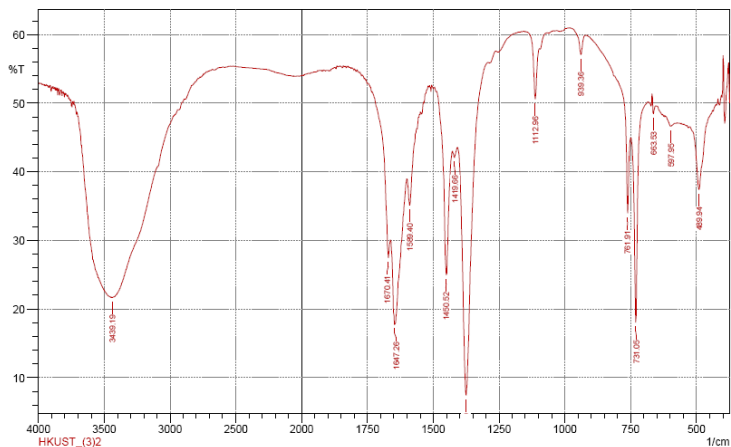
## Grafik FTIR HKUST-1 (P6)

SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	391.56	38.859	3.048	403.14	381.92	8.4	0.369
2	489.94	30.562	7.463	530.44	412.78	52.189	3.235
3	731.05	19.949	16.558	748.41	684.75	31.228	4.116
4	761.91	30.409	5.87	922	748.41	65.732	-2.447
5	939.36	44.27	2.244	981.8	922	20.149	0.38
6	1112.96	40.282	6.832	1155.4	1066.67	30.498	1.49
7	1373.36	10.931	26.029	1408.08	1155.4	112.629	16.197
8	1450.52	23.196	13.354	1489.1	1427.37	30.835	4.305
9	1589.4	29.958	3.055	1599.04	1554.68	21.062	0.701
10	1645.33	18.606	9.023	1562.69	1600.97	38.044	4.715
11	1670.41	25.531	1.747	1745.64	1664.62	36.855	0.214
12	3429.55	21.82	0.33	3437.26	2937.68	267.696	2.449

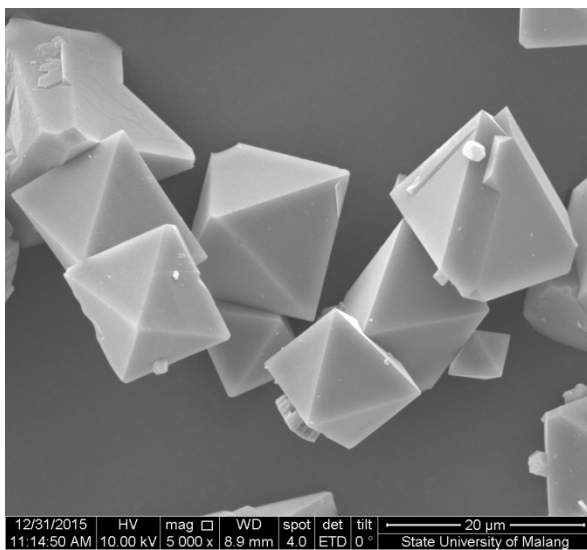
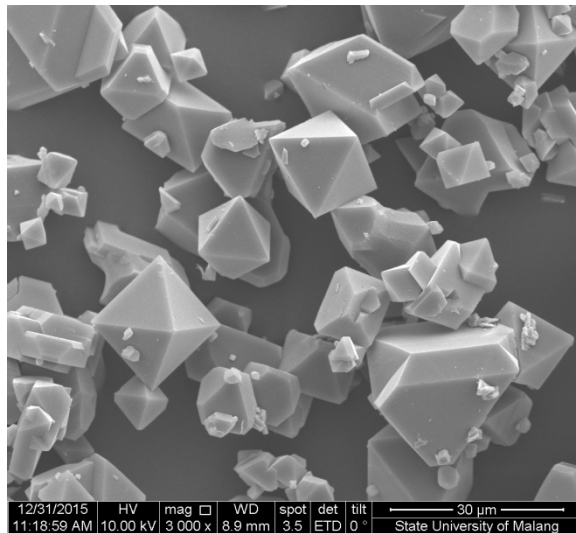
## Grafik FTIR HKUST-1 (P9)

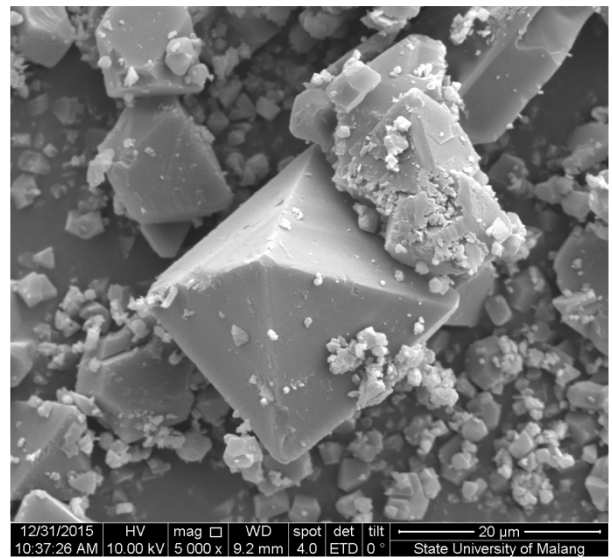
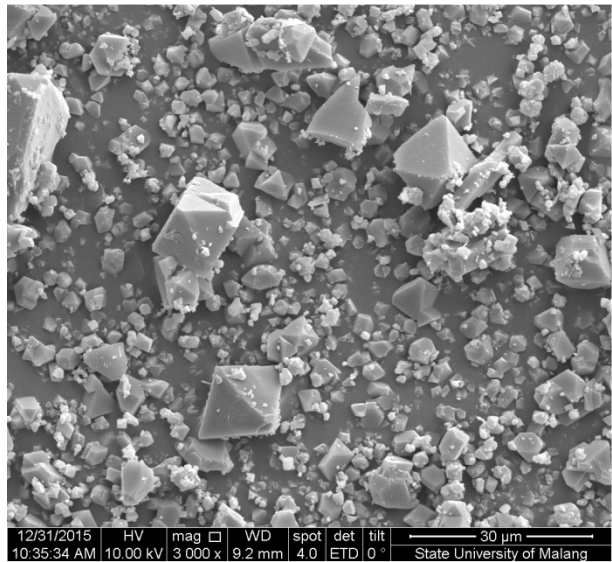
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	489.94	37.386	10.009	526.58	445.57	29.045	2.834
2	597.95	46.637	0.824	617.24	584.45	10.724	0.129
3	663.53	48.447	1.958	667.39	655.82	3.58	0.107
4	731.05	18.065	28.278	748.41	686.68	24.415	4.535
5	761.91	33.981	12.01	916.22	750.33	44.813	1.003
6	939.36	57.057	3.2	979.87	918.15	13.866	0.36
7	1112.96	50.581	8.145	1149.61	1095.6	13.086	0.772
8	1375.29	7.426	39.468	1406.15	1294.28	54.409	20.216
9	1419.66	42.055	1.182	1427.37	1408.08	7.118	0.11
10	1450.52	24.965	21.113	1487.17	1429.3	23.798	4.778
11	1589.4	35.076	5.838	1599.04	1564.32	13.765	0.895
12	1647.26	17.772	14.09	1660.77	1600.97	34.527	6.673
13	1670.41	27.464	4.699	1747.57	1662.69	30.797	0.477
14	3439.19	21.686	0.354	3444.98	2960.83	233.363	1.688

### C. SEM

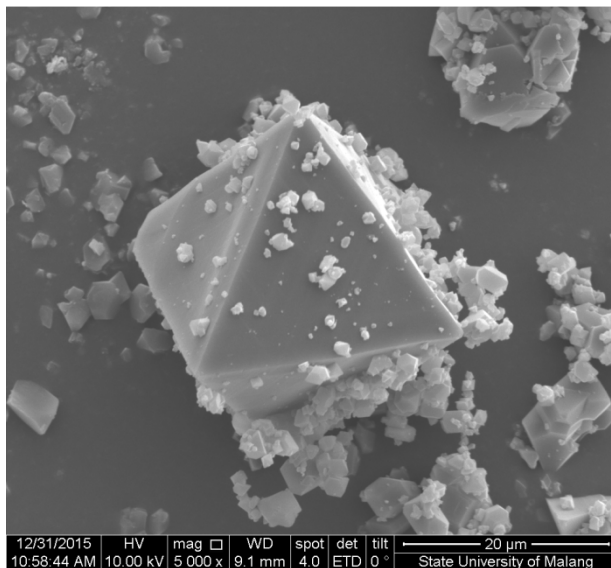
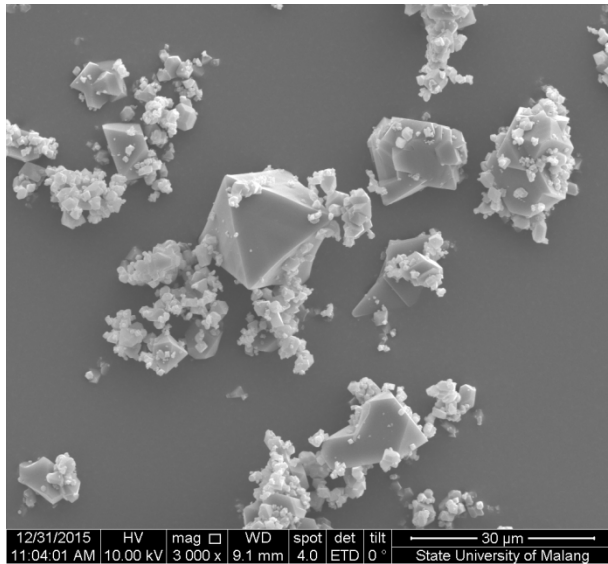
#### SEM HKUST-1 (Murni)



SEM HKUST-1 (P6)

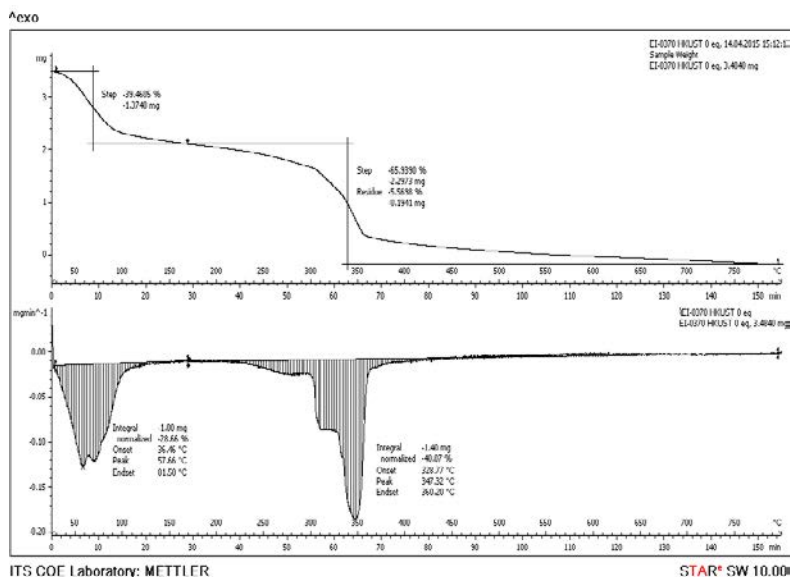




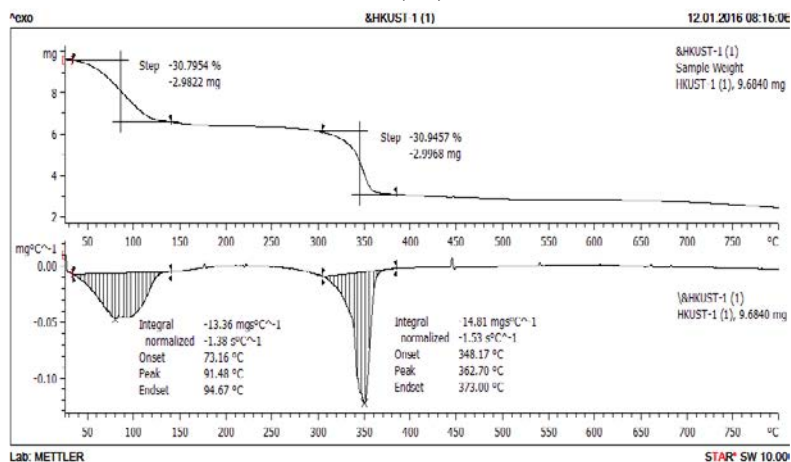
**SEM HKUST-1 (P9)**

## D. Thermogravimetri (TGA)

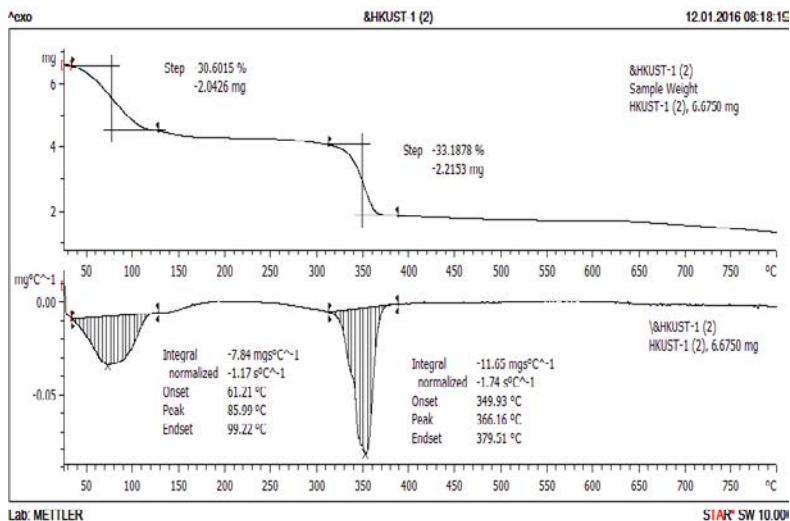
### Kurva TGA HKUST-1 (murni)



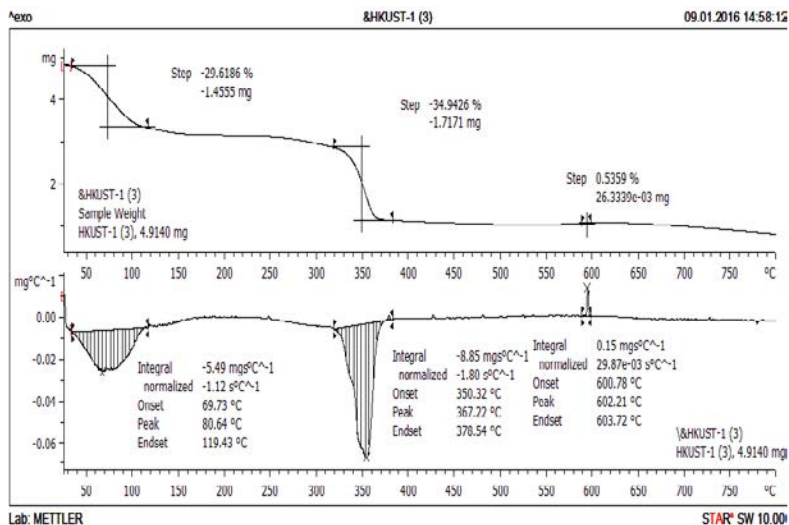
### Kurva TGA HKUST-1 (P3)



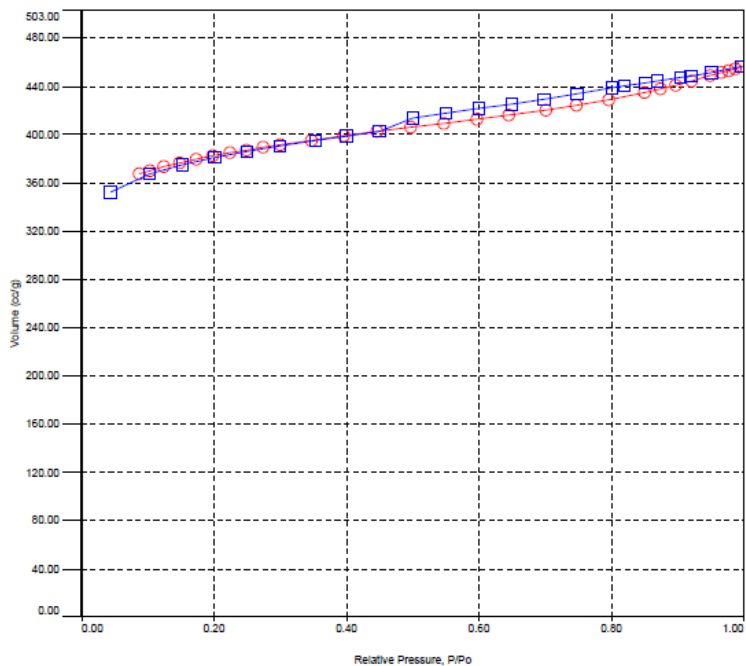
## Kurva TGA HKUST-1 (P6)



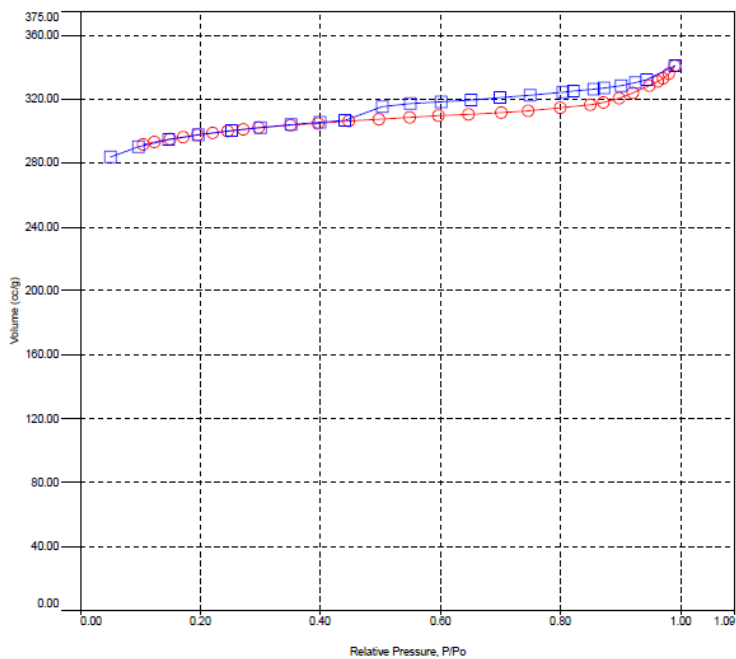
## Kurva TGA HKUST-1 (P9)



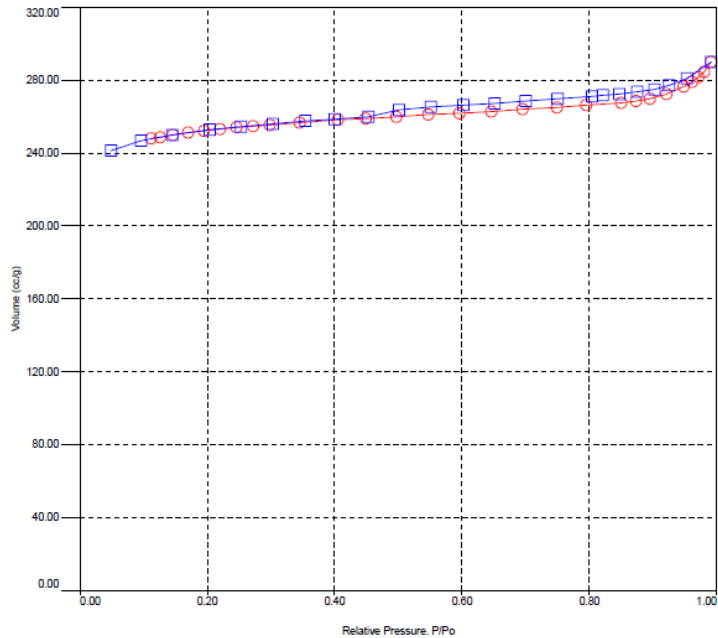
### E. Adsorpsi-desorpsi Nitrogen Kurva isothermal HKUST-1 (murni)



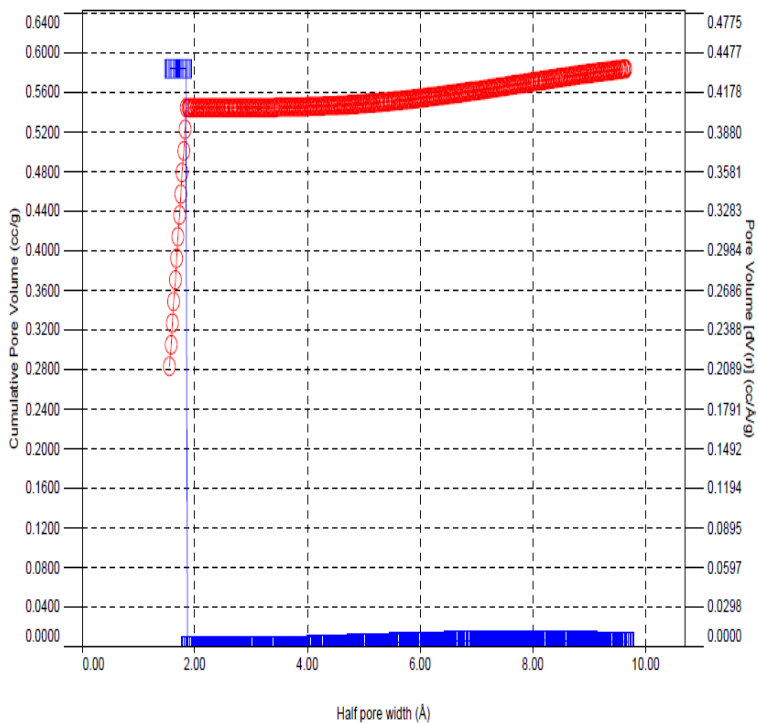
### Kurva Isotermal HKUST-1 (P6)

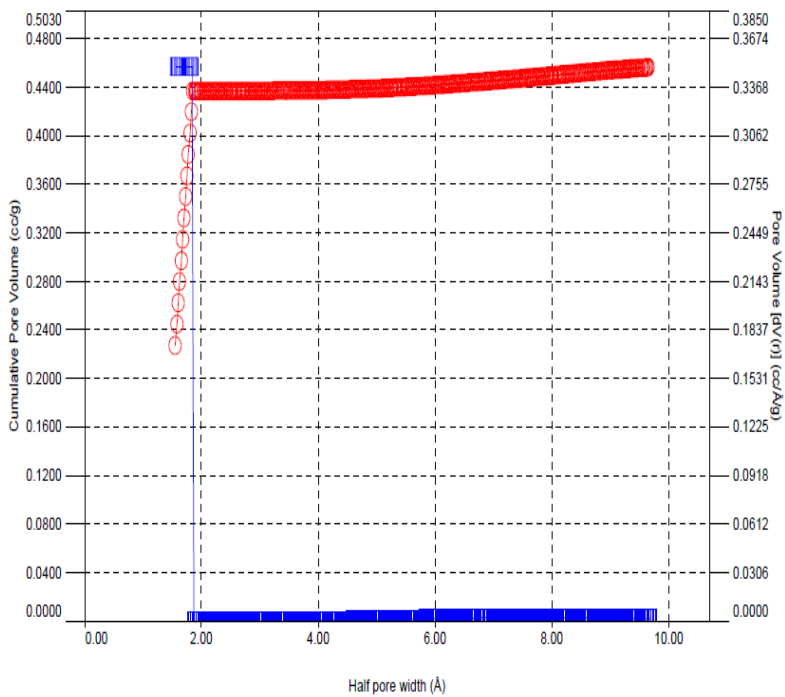


Kurva Isotermal HKUST-1 (P9)

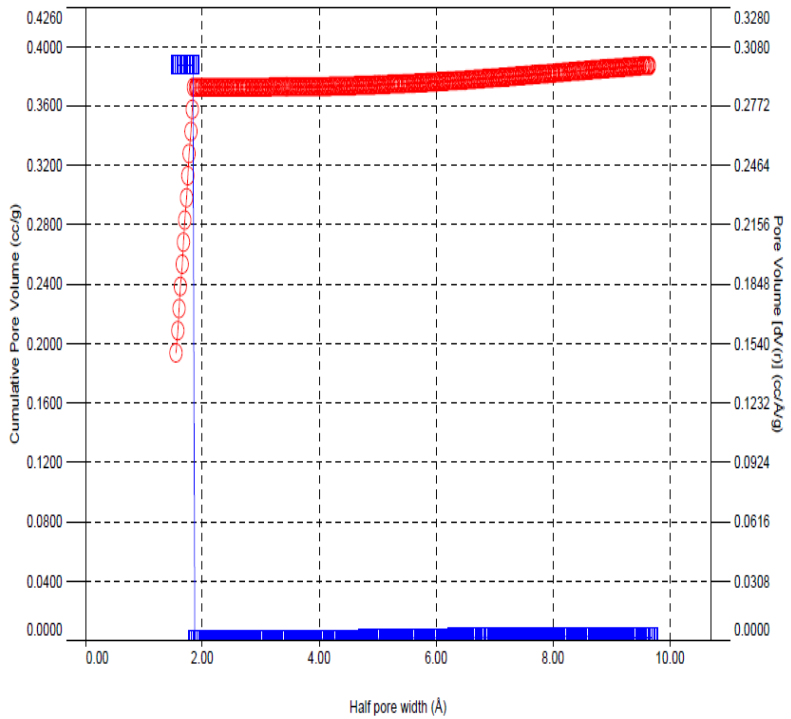


### Grafik Distribusi Pori permodelan HK HKUST-1 (Murni)



**Grafik Distribusi Pori permodelan HK HKUST-1 (P6)**



**Grafik Distribusi Pori permodelan HK HKUST-1 (P9)**

***“Halaman ini sengaja Dikosongkan”***

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Sintesis HKUST-1 telah dilakukan baik dengan penambahan aditif PEG 400 dan tanpa penambahan PEG. Informasi yang diperoleh dari penelitian ini, terbentuknya padatan HKUST-1 dengan kristalinitas yang relatif tinggi pada masing-masing sampel. Pada penambahan PEG 400 sebanyak 6 ml diperoleh massa yang paling besar. Morfologi kristal HKUST-1 yang diperoleh ada yang berbentuk octahedral sempurna dan tidak sempurna. Penambahan PEG mempengaruhi struktur dari HKUST-1. Penambahan PEG yang banyak menyebabkan struktur kristal semakin kecil dan terdapat banyaknya kristal dengan struktur yang tidak beraturan. Stabilitas termal yang dihasilkan sebesar 377 °C. Penambahan PEG juga mempengaruhi luas permukaan yang dihasilkan, semakin banyak PEG yang ditambahkan luas permukaannya semakin kecil.

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan penelitian yang dilakukan saat ini, perlu diadakan penelitian lebih lanjut mengenai penambahan penambahan aditif jenis lain dan perlakuan sintesis dilakukan metode yang sama pada penelitian ini serta dilakukan pada metode dengan menggunakan suhu ruang sebagai pembanding.

***“Halaman ini sengaja Dikosongkan”***

## DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, Arthur W. 1990."Physical Chemistry of Surface Fifth Edition." California: Departement of Chemistry.
- Beck, 1977 ." Principles af sconning EleCtron Microscopy". Jepang: Jeol Hightech co., Ltd.
- Brown,M.ed.2004."Introduction to Thermal Analysis".Kluwer Acaddemic Publichers:Dordrecht.
- Callister, Jr and WD. Rethwisch, D.G.2009."Materials Science and Engineering An Introduction". John Wiley & Sons.
- Chowdurry, P., Chaitanya, B., Dirk, M., Frieder D., Sasidhar, G.(2009). "Comparrison of adsorption isotherm on Cu-BTC metal organic framework synthesized from different routes." *Microporous and Mesoporous Materials* **117**. 406-413.
- Chui, S. S. Y., Lo, S. M. F., Charmant, J. P. H., Orpen, A. G., Williams, I. D.1999. "A chemically functionalizable nanoporous material  $[\text{Cu}_3(\text{TMA})_2(\text{H}_2\text{O})_3]_n$ ." *Science* **283(5405)**, 1148-50.
- Coats, A.W. and Redfern J.P.1963."Thermogravimetric Analysis."A review. *Analyst* **88**, 906-924.
- Czaja A. U., Trukhan N. and Muller U.2009."Industrial applications of metal-organik frameworks". *Chemistry. Social. Review*. **38**, 1284 – 1293.
- Demazeau G.2010."Solvothermal Processes: Definition, Key Factors Governing the Involved Chemical Reactions and New Trends"., 999 – 1006.

- Dinca M. and Long J. R.2008."Hydrogen Stirage in Microporous Metal-Organik Frameworks with Exposed Metal Sites". *Angewandte Chemie International Edition* **47**, 6766 – 6779.
- Eddaoudi M., Li H.I., Reineke T., Fehr M., Kelley D., dan Groy T.L.1999."Design and synthesis of metalcaboxylate framework with permanent microporosity". *Top. Catalyst*, 105-111.
- Gedde, U.W. 1995."Polimer Physics, edisi pertama".London: Chapman & Hall.
- Haber J, Block JH & Delmon B.1995."Manual of Methods and Procedures for Catalyst Characterization""*Pure and Aapplied Chemistry*.**67**:1257-1306
- Harjono, S.1992."Spektroskopi Inframerah Edisi Pertama".Yogyakarta:liberty.
- Kumar, Senthil R., Kumar, Senthil S., Kulandainathan, Anbu M. 2013."Efficient electrosynthesis of higly active  $\text{Cu}_3(\text{BTC})_2$ -MOF and its catalytic application to chemical reduction". *Microporous and mesoporous Materials* **168**, 57-64.
- Li, Y., Yang, R.T.2006."Hydrogen storage in metal-organic framework by bridged hydrogen spillover". *J Am Chem Soc* **128 (25)**, 8136-7
- Loera-Serna, S., Miguel, A., Oliver Tolentino., Ma. De Lourdes Lopez-Nunez, A., Santaan-Cruz, A., Guzman-Vargas., R., Cabrera-Sierra, H. I., Beltran., J., Flores.2012."Electrochemical Behaviour of  $[\text{Cu}_3(\text{BTC})_2]$  Metal–Organic Framework: The effectof the method of

- synthesis.” *Journal of Alloys and Compounds* **540**, 113–120.
- Ma, Mingyan. 2011. “Dissertation: Preparation and Characterization of Metal Organic Framework for Biological Appication.” Fakultät Für Chemie and Biochemi, Ruhr Universität Bochum, China.
- Machias, E. E., Ratnasamy, P., dan Carreon, M. A. 2012. “Catalytic activity of metal organic framework  $\text{Cu}_3(\text{BTC})_2$  in the cycloaddition of  $\text{CO}_2$  to epichlorohydrin reaction.” *Catalysis Today* **198**, 215-218.
- Petit C., Wrabetz S. and Bandosz T. J. 2012 “Microcalorimetric insight into the analysis of the reactive adsorption of ammonia on Cu-MOF and its composite with graphite oxide”. *J. Mater. Chem.* **22**, 21443 – 21447.
- Prestipino, C., Regli, L., Vitillo, J. G., Bonino, F., Damin, A., Lamberti, C., dkk. 2006. “Local structure of framework Cu(II) in HKUST-1 metal organic framework: spectroscopic characterization upon activation and interaction with adsorbates.” *Chem Mater* **18(5)**, 133-46.
- Rakhmatullah, D., Wirandini, G., Ariyamto, N. 2007. “Pembuatan Adsorben dari Zeolit Alam dengan Karakteristik Adsorption Properties untuk Kemurnian Bioetanol.” FTI ITB, Bandung.
- Seo, You-Kyong., G., Hundal., In Tae Jang., Y., K., Hwang., Chul-Ho, J., Jong-San, C. 2009. “Microwave Synthesis of Hybrid Inorganic–Organic Materials Including Porous  $\text{Cu}_3(\text{BTC})_2$  from Cu(II)-Trimesate Mixture.” *Microporous and Mesoporous Materials* **119**, 331–337.

- Sing K.2001."The use of nitrogen adsorption for the characterisation of porous materials". *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* **187–188**, 3–9.
- Smallman, R.E. dan Bishop, R.J.1999."Modern Physical Metallurgy and Material Engineering. 6th ed". Butterworth Heinemann, USA.
- Tahid.1994."Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier No II Th VIII".Bandung:Warta Kimia Analitis
- Warren.1969."X-ray Diffraction. Messach\$setfs:Addition-wesley pub.
- Xue, Z., Jianling, Z., Li P., Buxing H., Tiancheng M., Jianshen L., Guanying Y.2014."Poly(ethylene glycol) Stabilized Mesoporous Metal Organic Framework Nanocrystals: Efficient and Durable Catalysts for the Oxidation of Benzyl Alcohol."



## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Cindy Kurnia Permatasari yang dilahirkan di Surabaya pada tanggal 15 Oktober 1994. Anak pertama dari pasangan orang tua yang bernama Syaikhul Ahzab dan Umi Sutindarwati ini telah menempuh pendidikan di TK Bakti III Gresik (1998-2000), SD Nahdlatul Ulama 1 Gresik (2000-2006), SMP YIMI “Full Day School” Gresik (2006-2009), dan SMA Negeri 1 Gresik (2009-2012). Kemudian, penulis melanjutkan pendidikan di jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya dengan NRP 1412100096. Selama mengikuti pendidikan di Kimia FMIPA ITS, penulis aktif dalam berbagai kegiatan yang diselenggarakan oleh HIMKA ITS dan pernah menjadi staff Departemen RISTEK HIMKA ITS. Saat ini, penulis telah menyelesaikan Tugas Akhir di bidang Kimia Material dan Energi (KME) dibawah bimbingan ibu Dra. Ratna Ediati, M.S., Ph.D. selama 8 semester. Penulis dapat dihubungi melalui:

Nomor : 0878 5372 2094

Email : [cindykp096@gmail.com](mailto:cindykp096@gmail.com)